

**MODIFIKASI ABU KELUD 2014 SEBAGAI BAHAN ADSORBEN ION  
LOGAM TEMBAGA(II) DAN NIKEL(II) DENGAN ASAM ASETAT**

**SKRIPSI**

**Diajukan kepada  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Negeri Yogyakarta  
Guna Memperoleh Gelar  
Sarjana Sains Kimia**



**Oleh:**

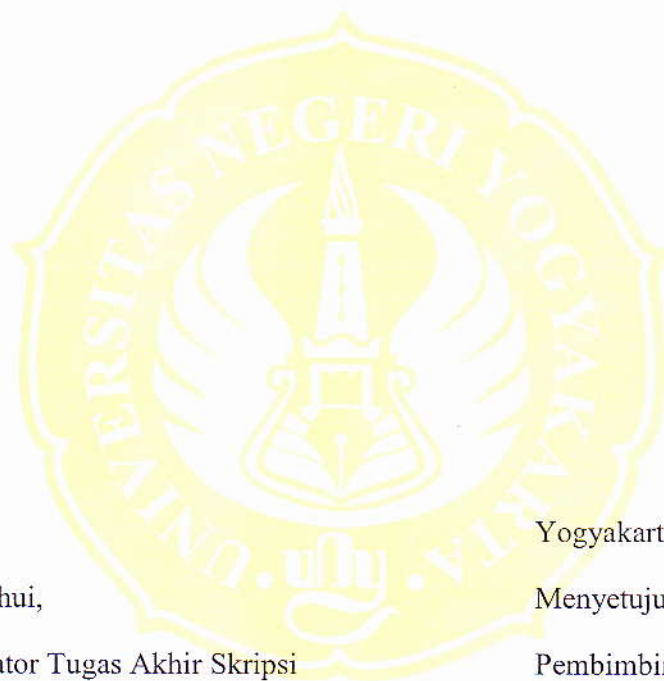
**Maryam Zakiyyatunni'mah  
NIM 12307141009**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
JURUSAN PENDIDIKAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA**

**2016**

## HALAMAN PERSETUJUAN

Skripsi yang berjudul “Modifikasi Abu Kelud 2014 Sebagai Bahan Adsorben Ion Logam Tembaga(II) Dan Nikel(II) Dengan Asam Asetat” yang disusun oleh Maryam Zakiyyatunni'mah, NIM 12307141009 ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diujikan.



Mengetahui,  
Koordinator Tugas Akhir Skripsi  
Program Studi Kimia

Jaslin Ikhsan, Ph.D  
NIP. 19680629 199303 1 001

Yogyakarta, 13 Juli 2016  
Menyetujui,  
Pembimbing Tugas Akhir  
Skripsi

Susila Kristianingrum, M.Si  
NIP. 19650814 199001 2 001

## SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Maryam Zakiyyatunni'mah  
NIM : 12307141009  
Program Studi : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Judul Penelitian : "Modifikasi Abu Kelud 2014 Sebagai Bahan Adsorben Ion Logam Tembaga(II) dan Nikel(II) dengan Asam Asetat"

Menyatakan bahwa penelitian hasil pekerjaan saya yang tergabung dalam penelitian payung Ibu Susila Kristianingrum, M.Si. yang berjudul "Modifikasi Abu Vulkanik Kelud 2014 Sebagai Bahan Adsorben Selektif Ion Tembaga(II).

Dan sepanjang pengetahuan saya tidak berisi materi atau data yang telah dipublikasikan atau ditulis oleh orang lain atau telah digunakan dan diterima sebagai persyaratan studi pada universitas atau institut lain, kecuali pada bagian-bagian yang telah dinyatakan dalam teks.

Tanda tangan dosen penguji yang tertera dalam halaman pengesahan adalah asli. Jika tidak asli, saya siap menerima sanksi ditunda yudisium pada periode selanjutnya.

Yogyakarta, 24 Agustus 2016

Yang menyatakan,







Maryam Zakiyyatunni'mah

NIM. 12307141009

## HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul “Modifikasi Abu Kelud 2014 Sebagai Bahan Adsorben Ion Logam Tembaga(II) dan Nikel(II) dengan Asam Asetat” yang disusun oleh Maryam Zakiyyatunni'mah, NIM 12307141009 ini telah dipertahankan di depan Dewan Penguji pada tanggal...28 Juli 2016..... dan dinyatakan lulus.

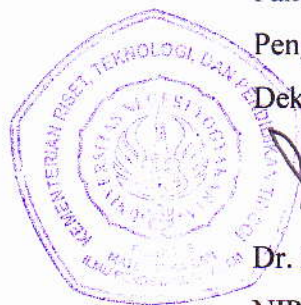
### DEWAN PENGUJI

Nama	Jabatan	Tanda Tangan	Tanggal
Susila Kristianingrum, M.Si NIP. 19650814 199001 2 001	Ketua Penguji		<u>24/08-2016</u>
Sulistyani, M.Si NIP. 19800103 200912 2 001	Sekretaris Penguji		<u>23/08-2016</u>
Dr. Suyanta, M.Si NIP. 19660508 199203 1 002	Penguji I (Utama)		<u>08/08-2016</u>
Dr. Siti Sulastri, M.S NIP. 19511219 197803 2 001	Penguji II (Pendamping)		<u>23/08-2016</u>

Yogyakarta, .....24-8-.....2016

Fakultas Matematika dan  
Pengetahuan Alam

Dekan,



Dr. Hartono

NIP. 19620329 198702 1 002

## **MOTTO**

Man Jadda Wajada, Man Shobaru Zafira, Man Yasro' Yashud

(Siapa bersungguh-sungguh pasti akan berhasil, Siapa yang bersabar akan beruntung, Siapa yang menanam akan menui yang ditanam)

Orang yang tak pernah berbuat kesalahan adalah orang yang tak pernah berbuat apa-apa (Gus Mus)

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah wasyukru lillah. Untaian rasa syukur senantiasa saya lantunkan karena telah mampu menyelesaikan sebuah karya yang penuh makna ini, walaupun masih jauh dari kata sempurna, tetapi semoga karya ini bisa menjadi tonggak untuk menghasilkan karya-karya yang selanjutnya.

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

Kedua orang tua saya, yaitu **Bapak Achmad Mudzakir** dan **Ibu Syamsiyatuddiniyah** yang tiada henti mendoakanku, memberi dukungan, dan membimbingku dengan cinta dan kasih sayangnya.

Kakakku, **Mawaddatuddiniyah Zam Zami dan Sofwan Jirjiz** yang bijak dan wibawa dalam memberikan teladan dan motivasi.

Adikku, **Atiqotul Maula** yang diam-diam nge'*fans* sama kakakmu yang baru menyelesaikan skripsinya ini ☺

Keluarga besar Bani Toyyiban, Ibu-Ibu Muslimat Cisuru, Sahabatku, keluarga Kimia B 2012, dan semua pihak yang dengan senang hati membantuku apapun, kapanpun, dan dimanapun.

# **MODIFIKASI ABU KELUD 2014 SEBAGAI BAHAN ADSORBEN ION LOGAM TEMBAGA(II) DAN NIKEL(II) DENGAN ASAM ASETAT**

**Oleh:**  
**Maryam Zakiyyatunni'mah**  
**12307141009**

**Pembimbing Utama: Susila Kristianingrum, M.Si**

---

## **ABSTRAK**

---

Penelitian ini bertujuan untuk memodifikasi abu Kelud 2014 sebagai bahan adsorben ion logam Cu(II) dan Ni(II) dengan rincian sebagai berikut: (1) mengetahui konsentrasi maksimum asam asetat dalam menghasilkan adsorben; (2) mengetahui karakteristik adsorben hasil sintesis yang meliputi nilai keasaman, kadar air; (3) mengetahui daya adsorpsi dan efisiensi adsorpsi yang optimum dari adsorben hasil sintesis terhadap ion logam Cu(II) dan Ni(II); (4) mengetahui pengaruh konsentrasi asam asetat terhadap adsorpsi adsorben hasil sintesis serta; (5) mengetahui karakter gugus fungsi dan struktur kristalnya.

Sintesis adsorben dilakukan dengan cara melarutkan 6 gram abu vulkanik dalam 200 mL NaOH 3M disertai pengadukan dan pemanasan 100°C selama 1 jam. Filtrat Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> ditambahkan asam asetat dengan variasi konsentrasi 1, 3, dan 5M hingga netral dan terbentuk gel. Campuran didiamkan selama 24 jam kemudian disaring dan dicuci dengan aquademineralisata dan dikeringkan. Silika gel yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan spektroskopi inframerah, spektroskopi serapan atom, dan XRD.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi CH<sub>3</sub>COOH yang maksimum menghasilkan adsorben adalah 3M dengan efisiensi produksi 9,55%. Nilai keasaman jenis adsorben AK-CH<sub>3</sub>COOH 1M, AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M, AK-CH<sub>3</sub>COOH 5M, dan Kiesel Gel 60G berturut-turut adalah 3,482; 6,019; 3,164; dan 3,838 mmol/gram dan kadar air secara berturut-turut adalah 47,5; 50,98; 28,43; dan 5%. Adsorben hasil sintesis dengan CH<sub>3</sub>COOH 3M mempunyai daya dan efisiensi adsorpsi optimum. Daya adsorpsi adsorben hasil sintesis terhadap ion logam Cu(II) dan Ni(II) secara berturut-turut adalah 1,0776; 0,84891 mmol/gram dengan efisiensi produksi 98,5712; 98,33673%. Adsorben hasil sintesis mempunyai karakter gugus fungsi mirip dengan Kiesel Gel 60 E-Merk dengan struktur amorf.

**Kata Kunci:** adsorpsi, adsorben, abu Kelud 2014, tembaga(II), nikel(II)

# MODIFICATION OF *KELUD* ASH 2014 AS ADSORBENTS OF METAL IONS COPPER(II) AND NICKEL(II) WITH ACETIC ACID

By:  
Maryam Zakiyyatunni'mah  
12307141009

First Supervisor: Susila Kristianingrum, M.Si

---

## ABSTRACT

---

This study aims to find out modified of *Kelud* ash 2014 as adsorbents of metal ions Cu(II) and Ni(II) details of: (1) the maximum concentration of acetic acid in producing adsorbents; (2) the characteristics of synthesized adsorbents which cover acid value and water content; (3) the optimum adsorption power and efficiency of the synthesized adsorbents on metal ions Cu(II) and Ni(II); (4) the effects of acetic acid concentration on the adsorption of the synthesized adsorbents; and (5) the characteristics functional groups and crystal structure.

The process of synthesizing adsorbents was conducted by dissolving 6 gram volcanic ash in 200 mL 3M NaOH with stirring and heating at 100°C for an hour. The filtrate of Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> was added with acetic acid with various concentration from 1, 3, and 5M until it was neutral and formed a gel. The mixture was left for 24 hours then it was filtered and was also washed with aquademineralisata and finally it was dried. While the obtained silica gel was characterized by using infrared spectroscopy, atomic absorption spectroscopy, and XRD.

The result shows that the maximum concentration of CH<sub>3</sub>COOH producing adsorbents is 3M with efficiency of production 9.55%. The acid values of adsorbents 1M AK-CH<sub>3</sub>COOH, 3M AK-CH<sub>3</sub>COOH, 5M AK-CH<sub>3</sub>COOH, and Kiesel Gel 60G are 3.482; 6.019; 3.164; and 3.838 mmol/gram while the water contents of each adsorbent are 47.5; 50.98; 28.43; and 5%. Adsorbents which were synthesized with 3M CH<sub>3</sub>COOH have optimum adsorption power and efficiency. The adsorption power of the synthesized adsorbents on metal ions Cu(II) and Ni(II) are 1.0776; 0.84891 mmol/gram with efficiency of production 98.5712; 98.33673%. Therefore, synthesized adsorbents have similar characteristics of functional groups with Kiesel Gel 60 E-Merck in amorf form.

**Keywords:** adsorption, adsorbent, *Kelud* ash 2014, Cu(II), Ni(II)



## KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Puji syukur saya panjatkan kehadirat Allah SWT dengan segala kuasa-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi yang berjudul “Modifikasi Abu Kelud 2014 Sebagai Bahan Adsorben Ion Logam Tembaga(II) dan Nikel(II) Dengan Asam Asetat”. Sholawat serta salam selalu tercurahkan kepada nabi Muhammad SAW beserta keluarga dan sahabatnya yang kita rindukan syafa'atnya.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bimbingan, arahan, dan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu dengan segenap kerendahan hati pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Bapak Dr. Hartono selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam yang telah mengesahkan skripsi ini.
2. Bapak Jaslin Ikhsan, Ph.D selaku Ketua Jurusan Pendidikan Kimia dan Ketua Program Studi Kimia.
3. Bapak Dr. P. Yatiman selaku Dosen Penasehat Akademik.
4. Ibu Susila Kristianingrum, M.Si selaku dosen pembimbing yang selalu memberi arahan, saran, dan bimbingan dari penyusunan proposal, melaksanakan penelitian, hingga terselesaikannya skripsi ini.
5. Ibu Sulistyani, M.Si selaku Sekretaris penguji yang telah memberikan arahan dan masukan dalam penyelesaian penulisan skripsi ini.

6. Bapak Dr. Suyanta, M.Si selaku dosen penguji utama yang telah memberikan arahan dan masukan dalam penyelesaian penulisan skripsi ini.
7. Ibu Dr. Siti Sulastri, M.S selaku dosen penguji pendamping yang telah memberikan arahan dan masukan dalam penyelesaian penulisan skripsi ini.
8. Seluruh dosen Jurusan Pendidikan Kimia yang telah memberikan bekal ilmu dan pengalaman kepada penulis.
9. Seluruh staf, karyawan, dan laboran Jurusan Pendidikan Kimia yang telah membantu selama perkuliahan dan penelitian.
10. Kedua orang tua, kakak, adik, dan keluarga yang tiada henti memberikan doa dan dukungannya.
11. Reni Desiriana, Karyanto, dan Raffi Anjar selaku teman seperjuangan yang telah memberikan keceriaan, semangat, dan motivasinya dalam menyelesaikan penelitian dan penulisan laporan akhir.
12. Upi Chan, Yulia, Anisa, Nurul, Dian, Eny, Ridwan yang telah memberikan banyak cerita selama ini.
13. Teman-teman Kimia B 2012, KMNU UNY, UKKI UNY, KKN 2155, Taqiyyah H-17 (Aliyah, Anes, Suci, Arum, Ratna, Kinde, Rima) yang selalu memberi keceriaan, dukungan, dan semangat kepada penulis.
14. Semua pihak yang telah membantu kelancaran terselesaikannya skripsi ini yang tidak saya sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran dari berbagai

pihak yang bersifat membangun demi kesempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini bermanfaat bagi semua.

Wassalamu'alaikum Warahmatullohi Wabarakatuh.

Yogyakarta, 25 Agustus 2016

Penulis

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN .....</b>	<b>ii</b>
<b>SURAT PERNYATAAN .....</b>	<b>iii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN .....</b>	<b>iv</b>
<b>MOTTO .....</b>	<b>v</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN .....</b>	<b>vi</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>vii</b>
<b><i>ABSTRACT</i> .....</b>	<b>viii</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>ix</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>xii</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xvi</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>xviii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xx</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
A. Latar Belakang .....	1
B. Identifikasi Masalah .....	4
C. Pembatasan Masalah .....	5
D. Perumusan Masalah .....	5
E. Tujuan Penelitian .....	6
F. Manfaat Penelitian .....	6
<b>BAB II KAJIAN PUSTAKA .....</b>	<b>8</b>
A. Kajian Teori .....	8

1. Abu Vulkanik Gunung Kelud .....	8
2. Silika Gel .....	9
3. Natrium Silikat .....	10
4. Proses Sol Gel .....	11
5. Logam Tembaga (Cu) .....	12
6. Logam Nikel (Ni) .....	13
7. Asam Asetat .....	14
8. Keasaman .....	15
9. Kadar Air .....	16
10. Adsorpsi (penjerapan) .....	16
11. Spektroskopi <i>Fourier Transfrom Infra Red</i> (FTIR). ....	19
12. Spektroskopi Serapan Atom (SSA) .....	21
13. XRD .....	23
B. Penelitian yang Relevan .....	25
C. Kerangka Berpikir .....	28
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	<b>30</b>
A. Subjek dan Objek Penelitian .....	30
B. Teknik Pengambilan Sampel .....	30
C. Variabel Penelitian .....	30
D. Alat dan Bahan .....	31
E. Validasi Instrumentasi .....	32
F. Prosedur Penelitian .....	32
1. Preparasi Abu Vulkanik .....	32

2. Pembuatan Larutan Natrium Silikat .....	33
3. Sintesis Silika Gel .....	33
4. Penentuan Keasaman Silika Gel .....	34
5. Penentuan Kadar Air Adsorben .....	34
6. Adsorpsi Ion Logam Cu(II) dan Ni(II) .....	35
7. Pembuatan Larutan Standar Cu(II) dan Ni(II) berbagai konsentrasi.....	35
G. Teknik Pengumpulan Data .....	37
H. Teknik Analisis Data .....	37
1. Penentuan Keasaman Adsorben .....	37
2. Penentuan Kadar Air Adsorben .....	38
3. Perhitungan Daya Adsorpsi dan Efisiensi Adsorpsi Adsorben Terhadap Ion Logam Cu(II) dan Ni(II) .....	39
4. Pengukuran Larutan Standar .....	40
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>40</b>
A. HASIL PENELITIAN .....	40
B. PEMBAHASAN .....	50
1. Preparasi Abu Vulkanik Kelud 2014 .....	50
2. Karakterisasi Spektra IR Abu Vulkanik Kelud Sebelum dan Sesudah Pencucian .....	51
3. Sintesis Adsorben .....	51
4. Keasaman Adsorben Silika Gel .....	56
5. Kadar Air Adsorben .....	57
6. Adsorpsi Ion Logam .....	60

7. Spektra Inframerah Silika Gel Sebelum dan Sesudah Adsorpsi .....	64
8. Difraktogram <i>X-Ray</i> .....	65
<b>BAB V SIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>67</b>
A. Simpulan .....	67
B. Saran .....	68
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>69</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>72</b>

## DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel 1. Karakteristik Serapan FTIR dari Beberapa Gugus Fungsional .....	20
Tabel 2. Gugus Fungsi Senyawa Silika Gel .....	20
Tabel 3. Efisiensi Produksi Adsorben Hasil Sintesis Dengan Asam Asetat berbagai konsentrasi .....	40
Tabel 4. Nilai Keasaman, Kadar Air Silika Gel Hasil Sintesis dan Pembanding .....	41
Tabel 5. Interpretasi Spektra FTIR Abu Kelud Sebelum dan Sesudah Pencucian .....	43
Tabel 6. Efisiensi Adsorpsi dan Daya Adsorpsi Adsorben Hasil Sintesis terhadap Ion Logam Cu(II) .....	43
Tabel 7. Efisiensi Adsorpsi dan Daya Adsorpsi Adsorben Hasil Sintesis terhadap Ion Logam Ni(II) .....	44
Tabel 8. Interpretasi Spektra FTIR Silika Kiesel Gel 60G buatan E-Merck dan Adsorben Hasil Sintesis AK-CH <sub>3</sub> COOH 3M .....	45
Tabel 9. Interpretasi Spektra FTIR Adsorben Hasil Sintesis AK-CH <sub>3</sub> COOH 3M Adsorpsi Ion Logam Cu(II) dan Ion Logam Ni(II) .....	47
Tabel 10. Interpretasi Adsorben Difraktogram Hasil Sintesis dengan Asam Asetat 3M dibandingkan dengan JCPDS 83-1833 .....	49
Tabel 11. Klasifikasi asan dan Basa Beberapa Senyawa dan Ion Logam Menurut Prinsip HSAB dari Pearson .....	62
Tabel 12. Perhitungan Keasaman Adsorben .....	79



Tabel 13. Perhitungan Kadar Air Adsorben .....	82
Tabel 14. Konsentrasi (X) dan Absorbansi (Y) Larutan Standar Cu(II) .....	88
Tabel 15. Statistik Penentuan Persamaan Garis Regresi Linear Larutan Standar Cu(II) .....	89
Tabel 16. Konsentrasi (X) dan Absorbansi (Y) Larutan Standar Ni(II) .....	92
Tabel 17. Statistik Penentuan Persamaan Garis Regresi Linear Larutan Standar Ni(II) .....	93
Tabel 18. Daftar R Nilai Koefisien Korelasi .....	96
Tabel 19. Nilai F pada Taraf 1% dan 5% .....	97
Tabel 20. Perhitungan Daya dan Efisiensi Adsorpsi Ion Logam Cu(II) 10 ppm Oleh Berbagai Jenis Adsorben .....	98
Tabel 21. Perhitungan Daya dan Efisiensi Adsorpsi Ion Logam Ni(II) 10 ppm Oleh Berbagai Jenis Adsorben .....	101

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Rumus Struktur Silika Gel .....	10
Gambar 2. Dimer siklis dari asam asetat, garis putus-putus .....	15
Gambar 3. Instrumen FTIR .....	21
Gambar 4. Kurva absorbansi Vs konsentrasi dengan Persamaan $y=kx$ .....	22
Gambar 5. Kurva absorbansi Vs konsentrasi dengan Persamaan $y=ax+b$ .....	22
Gambar 6. Instrumen SSA .....	23
Gambar 7. Instrumen XRD .....	24
Gambar 8. Grafik Keasaman Adsorben Hasil Sintesis .....	41
Gambar 9. Grafik Kadar Air Adsorben Hasil Sintesis .....	42
Gambar 10. Spektra FTIR Abu Kelud Sebelum dan Sesudah Pencucian dengan HCl 0,1M .....	42
Gambar 11. Spektra FTIR Silika Kiesel Gel 60G buatan E-Merck .....	45
Gambar 12. Spektra FTIR Adsorben AK-CH <sub>3</sub> COOH 3M .....	45
Gambar 13. Spektra FTIR AK-CH <sub>3</sub> COOH 3M Adsorpsi Ion Logam Cu(II) .....	46
Gambar 14. Spektra FTIR AK-CH <sub>3</sub> COOH 3M Adsorpsi Ion Logam Ni(II) .....	46
Gambar 15. Difraktogram Abu Vulkanik Kelud Sesudah Kalsinasi .....	48
Gambar 16. Difraktogram Adsorben AK-CH <sub>3</sub> COOH 3 M .....	48
Gambar 17. Mekanisme Reaksi Pembentukan Natrium Silikat .....	52
Gambar 18. Mekanisme Reaksi Pembentukan Asam Silikat .....	53

Gambar 19. Mekanisme Reaksi Polimerisasi Kondensasi Asam Silikat .....	54
Gambar 20. Proses Pembentukan Alkogel .....	54
Gambar 21. Lapisan Molekul Air dalam Silika Gel .....	58
Gambar 22. Reaksi Pelepasan Air .....	59
Gambar 23. Reaksi Pengikatan Ion Logam Cu(II) dan Ni(II) pada Gugus Silanol dan Siloksan .....	63
Gambar 24. Kurva Standar Cu(II) .....	88
Gambar 25. Kurva Standar Ni(II) .....	92
Gambar 26. JCPDS 83- 1833 Sebagai Pembanding .....	109

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Efisiensi Produksi Adsorben Hasil Sintesis .....	72
Lampiran 2. Pembuatan Larutan Asam Asetat dengan Konsentrasi 1 M, 3 M, dan 5 M.....	73
Lampiran 3. Standarisasi NaOH 0,1 M untuk Uji Keasaman dan HCl 0,1 M.....	76
Lampiran 4. Perhitungan Keasaman Adsorben.....	79
Lampiran 5. Penentuan Keasaman Adsorben .....	80
Lampiran 6. Perhitungan Kadar Air Adsorben .....	82
Lampiran 7. Penentuan Kadar Air Adsorben.....	83
Lampiran 8. Pembuatan Larutan Standar Cu(II) dengan Berbagai Konsentrasi...	86
Lampiran 9. Pembuatan Larutan Standar Ni(II) dengan Berbagai Konsentrasi ...	87
Lampiran 10. Penentuan Garis Persamaan Regresi Linear Larutan Standar Cu(II) .....	88
Lampiran 11. Penentuan Garis Persamaan Regresi Linear Larutan Standar Ni(II) .....	92
Lampiran 12. Perhitungan Daya dan Efisiensi Adsorpsi Ion Logam Cu(II) 10 ppm Oleh Berbagai Jenis Adsorben.....	98
Lampiran 13. Perhitungan Daya dan Efisiensi Adsorpsi Ion Logam Ni(II) 10 ppm Oleh Berbagai Jenis Adsorben.....	101
Lampiran 14. Bagan Prosedur Penelitian.....	104
Lampiran 15. Dokumentasi Penelitian .....	110

## **BAB I**

### **PENDAHULUAN**

#### **A. Latar Belakang**

Gunung Kelud adalah salah satu gunung berapi yang masih aktif di Indonesia. Meletusnya Gunung Kelud (Blitar, Jawa Timur) yang terjadi pada tanggal 14 Februari 2014 banyak mengeluarkan material vulkanik yang menyebabkan dampak negatif terhadap lingkungan sekitar. Sebaran abu vulkanik hingga mencapai radius 200 – 300 km, hampir seluruh kota Solo dan Yogyakarta tertutup abu vulkanik yang cukup pekat hingga ketebalan 2 cm. Abu vulkanik akibat erupsi gunung berapi berdampak luas baik terhadap kesehatan, tanaman pertanian, peternakan, dan terhadap kondisi lahan. Menurut Ahmad Luthfi (2014:1), abu vulkanik memiliki ukuran diameter kurang dari 2 mm (0,079 inci), dihasilkan selama letusan magma yang memproduksi piroklastik (bebatuan vulkanik) yang berbeda-beda, tergantung pada proses erupsi. Beberapa jenis mineral muncul pada abu vulkanik, bergantung pada kandungan kimia dari magma gunung api yang meletus. Ukuran yang sangat kecil, mengakibatkan gangguan pernafasan apabila terhirup secara berlebihan.

Abu vulkanik yang membahayakan bagi kesehatan pernafasan bila dihirup, ternyata kaya akan kandungan silika ( $\text{SiO}_2$ ) dan oksigen. Letusan erupsi rendah dari basal (batuan beku) memproduksi karakteristik abu berwarna gelap yang mengandung 45-55% silika ( $\text{SiO}_2$ ) (Ahmad Luthfi, 2014).

Metode *XRF* (*X-Ray Fluorescence*) secara luas digunakan untuk menentukan komposisi unsur suatu material yang ada pada padatan, bubuk ataupun sampel cair yang memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. Berdasarkan hasil *XRF* (Putri Eka Ningtyas, 2015: 8-9) menunjukkan bahwa persentase kandungan oksida yang terdapat pada abu vulkanik Gunung Kelud 2014 dari dua lokasi yang berbeda yaitu Kediri dan Yogyakarta relatif tidak berbeda. Kadar  $\text{SiO}_2$  yang terdapat pada abu vulkanik yang ada di Kediri dan Yogyakarta berturut-turut adalah 49,83% dan 52,31%. Berdasarkan hasil *RXF* diketahui kandungan abu kelud terdiri dari unsur silika (70,6%), aluminium (9%), besi (5,7%), kalsium (5%), dan sulfur (0,1%) (Tuhu Prihantoro, 2014: 2). Besarnya kandungan silika yang terdapat pada abu vulkanik Kelud 2014 dapat digunakan sebagai salah satu bahan baku pembuatan adsorben yaitu berupa silika gel.

Silika gel merupakan salah satu padatan anorganik yang dapat digunakan untuk keperluan adsorpsi karena memiliki gugus silanol ( $\text{Si-OH}$ ) dan siloksan ( $\text{Si-O-Si}$ ) yang merupakan sisi aktif pada permukaannya. Di samping itu silika gel mempunyai pori-pori yang luas, berbagai ukuran partikel dan area permukaan yang khas (Susila Kristianingrum, 2011: 2).

Karakteristik permukaan silika gel dapat diubah dengan cara modifikasi seperti modifikasi dengan pembentukan ikatan kovalen dan melalui impreganasi. Cara lain adalah dengan proses sol – gel. Pada proses modifikasi dengan cara ini reaksi dilakukan bukan dengan silika gel, tetapi dilakukan

terhadap bahan dasar pembentuk silika gel, yang lazim disebut silika prekursor.

Pemanfaatan silika gel secara umum adalah sebagai penjerap uap air pada penyimpanan berbagai bahan yang bersifat higroskopis. Pada pemanfaatan ini dapat dipakai silika gel yang sebelumnya telah dipanaskan untuk menghilangkan air dalam pori. Demikian juga pemanfaatan lain yaitu sebagai fasa diam pada analisis kromatografi, diperlukan proses pemanasan dan pembentukan butir dengan ukuran sama dengan cara digerus dan diikuti pengayakan dengan ukuran tertentu (Siti Sulastri dan Susila Kristianingrum, 2010: 5).

Dalam penelitian ini ion logam yang digunakan untuk uji adsorpsi adalah ion logam Cu(II) dan ion logam Ni(II). Baik ion logam Cu(II) maupun ion logam Ni(II) dapat menyebabkan pencemaran lingkungan. Logam tembaga dalam dosis tinggi dapat menyebabkan penyakit, seperti ginjal, hati, muntaber, pusing kepala, lemah, anemia, kram, shock, koma, dan dalam kadar yang berlebihan dapat menyebabkan kematian (Robert, G. A. F., 1978 dalam Zul Alfian, 2003: 15). Nikel ditemukan di perairan dalam bentuk koloid namun garam-garam nikel seperti *nikel ammonium sulfat*, *nikel nitrat*, dan *nikel klorida*, bersifat larut dalam air. Effendi (2003) menyatakan, bagi manusia yang kontak langsung dengan larutan yang mengandung garam-garam nikel dapat menyebabkan dermatitis, sedangkan menghisap nikel terus-menerus dapat mengakibatkan kanker paru-paru. Untuk melindungi

kehidupan organisme akuatik, kadar nikel sebaiknya tidak melebihi 0,025 mg/l (Effendi, 2003).

Pada penelitian ini dilakukan variasi konsentrasi asam asetat yang direaksikan untuk membentuk gel. Gel yang terbentuk dari proses ini disaring dan dikeringkan menggunakan oven untuk dikarakterisasi. Efektifitas adsorben abu Kelud sebagai adsorben ion logam Cu(II) dan ion Ni(II) dapat dilihat melalui daya adsopsinya. Terjadinya proses adsorpsi ion logam dapat dilihat menggunakan data konsentrasi ion logam sebelum dan sesudah bereaksi dengan adsorben yang terdapat dalam data spektroskopi serapan atom (SSA). Untuk mengetahui gugus penyusun silika gel dapat melalui pembacaan spektra FTIR sedangkan struktur kristalnya dapat diketahui melalui pembacaan difraktogram XRD.

## **B. Identifikasi Masalah**

Berdasarkan latar belakang masalah yang diuraikan dapat diidentifikasi permasalahan – permasalahan sebagai berikut:

1. Jenis bahan yang digunakan untuk sintesis adsorben.
2. Metode yang digunakan untuk sintesis adsorben.
3. Temperatur dan waktu pengabuan sintesis adsorben.
4. Jenis dan konsentrasi asam yang digunakan untuk sintesis adsorben.
5. Karakterisasi adsorben hasil sintesis.
6. Jenis ion logam yang diadsopsi oleh adsorben hasil sintesis.
7. Sifat adsorptif adsorben hasil sintesis.



### **C. Pembatasan masalah**

Berdasarkan identifikasi masalah di atas maka dalam penelitian ini diberikan beberapa pembatasan masalah agar penelitian efektif sebagai berikut:

1. Jenis bahan yang digunakan untuk mensintesis adsorben adalah abu vulkanik hasil letusan Gunung Kelud pada tahun 2014 yang berada di Yogyakarta.
2. Metode yang digunakan untuk mensintesis adsorben adalah metode sol – gel.
3. Temperatur dan waktu yang digunakan dalam pengabuan adalah 700°C selama 4 jam.
4. Jenis asam yang digunakan untuk mensintesis adsorben adalah asam asetat dengan variasi konsentrasi 1 M, 3 M, dan 5 M.
5. Karakter adsorben yang diteliti meliputi uji keasaman, kadar air, dan spektra FTIR serta difraktogram XRD.
6. Jenis ion logam yang diadsorpsi adalah ion logam tembaga(II) dan nikel(II).
7. Sifat adsorptif adsorben yang dipelajari adalah daya adsorpsi dan efisiensi adsorpsi adsorben hasil sintesis.

### **D. Perumusan Masalah**

Berdasarkan identifikasi masalah dan batasan masalah di atas, perumusan masalah dalam penelitian ini dapat dirumuskan sebagai berikut:

1. Bagaimana karakteristik adsorben hasil sintesis?

2. Berapa daya adsorpsi dan efisiensi adsorpsi yang optimum dari adsorben hasil sintesis terhadap ion logam tembaga(II)?
3. Berapa daya adsorpsi dan efisiensi adsorpsi yang optimum dari adsorben hasil sintesis terhadap ion logam nikel(II)?
4. Bagaimana pengaruh konsentrasi asam asetat terhadap adsorpsi adsorben hasil sintesis?

#### **E. Tujuan Penelitian**

Berdasarkan rumusan masalah di atas, maka tujuan penelitian ini adalah:

1. Mengetahui karakteristik adsorben hasil sintesis.
2. Mengetahui daya adsorpsi dan efisiensi adsorpsi yang optimum dari adsorben hasil sintesis terhadap ion logam tembaga(II)
3. Mengetahui daya adsorpsi dan efisiensi adsorpsi yang optimum dari adsorben hasil sintesis terhadap ion logam nikel(II).
4. Mengetahui pengaruh konsentrasi asam asetat terhadap adsorpsi adsorben hasil sintesis.

#### **F. Manfaat Penelitian**

1. Bagi Mahasiswa

Menambah khasanah keilmuan dan dapat sebagai bahan pustaka dalam pengembangan metode sintesis silika gel dari bahan baku yang murah dan mudah diperoleh.

## 2. Bagi Akademisi

Menambah referensi dibidang penelitian kimia khususnya tentang adsorben dari abu vulkanik kelud dan studi aplikasinya sebagai adsorben ion logam tembaga(II) dan ion logam nikel(II).

## 3. Bagi Masyarakat

Memberi solusi mengenai masalah efek erupsi Gunung Kelud yang berupa pemanfaatan abu vulkanik sebagai bahan alternatif pembuatan adsorben dan meningkatkan hasil suatu produk yang bernilai lebih yang dapat dipublikasikan dan dikomersialkan.

## **BAB II**

### **KAJIAN PUSTAKA**

#### **A. Kajian Teori**

##### **1. Abu Vulkanik Gunung Kelud**

Letusan gunung Kelud pada Februari 2014 berdampak sangat luas, sebaran abu vulkanik hingga mencapai radius 200 – 300 km. Hampir seluruh wilayah kota Solo dan Yogyakarta tertutup abu vulkanik yang cukup pekat, bahkan ketebalan lebih dari 2 cm, dan melumpuhkan 6 bandara internasional dan mengevakuasikan 100.000 orang (Suntoro dkk, 2014: 69).

Abu vulkanik atau pasir vulkanik adalah bahan material vulkanik jatuhan yang disemburkan ke udara saat suatu letusan. Abu maupun pasir vulkanik terdiri dari batuan berukuran besar sampai berukuran halus. Material yang berukuran besar biasanya jatuh di sekitar kawah sampai radius 5-7 km dari kawah, sedangkan yang berukuran halus dapat jatuh pada jarak mencapai ratusan kilometer bahkan ribuan kilometer dari kawah disebabkan oleh adanya hembusan angin (Sudaryo dan Sutjipto, 2009: 716).

Beberapa jenis mineral muncul pada abu vulkanik, bergantung pada kandungan kimia dari magma gunung api yang meletus. Unsur yang paling berlimpah dalam magma adalah silika ( $\text{SiO}_2$ ) dan oksigen. Letusan erupsi rendah dari basal (batuan beku) memproduksi karakteristik abu yang berwarna gelap dan mengandung 45-55% silika. Gas-gas utama dilepaskan selama aktivitas gunung api adalah air, karbondioksida, sulfur dioksida, hidrogen, hidrogen sulfida, karbon monoksida, dan hidrogen klorida. Kandungan

belerang dan gas halogen serta logam ini dihapus dari atmosfer oleh proses reaksi kimia (Ahmad Luthfi, 2014).

Analisis kandungan logam abu Gunung Kelud dampak erupsi di Yogyakarta, Surabaya dan Kediri yang dilakukan oleh Balai Besar Teknologi Kesehatan Lingkungan UPT Dirjen Pengendalian Penyakit dan Penyehatan Lingkungan (P2PL) Kementerian Kesehatan, menemukan berbagai logam yang dapat membahayakan kesehatan. Analisa dilakukan dengan salah satu metode dari USEPA untuk mengetahui total kandungan per satuan berat, sedangkan TCLP untuk mengetahui konsentrasi yang terlarut, atau berapa konsentrasi logam tersebut yang bisa terlarut bila debu vulkanik bercampur dengan air.

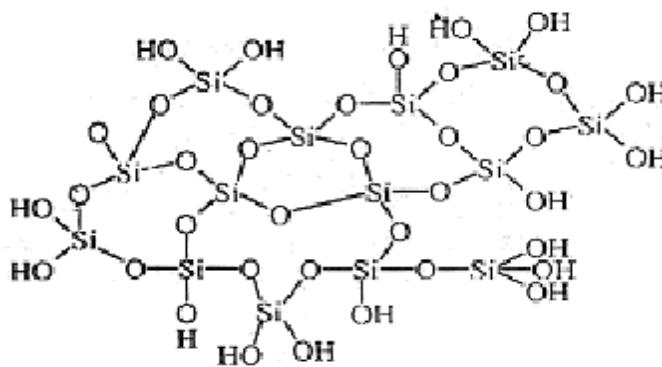
Konsentrasi  $\text{SiO}_2$  dengan metode dari USEPA (*Unit State Environmental Protection Agency*) adalah 187,806 mg/kg, dari hasil tersebut diketahui bahwa dalam satu kilogram abu vulkanik terdapat 187,806 mg  $\text{SiO}_2$ , sedangkan dengan metode TCLP (*Toxicity Characteristic Leaching Prosedure*) kandungan Si nya sebesar 1,827 mg/l, hasil tersebut menunjukkan bahwa sebanyak 1,825 unsur Si dapat larut dalam 1 liter pelarut. Kemudian kandungan besi dengan metode dari USEPA 3.329,057 mg/kg, sedangkan dengan TCLP sebesar 0,680 mg/l. sementara hasil TCLP yang melebihi ambang batas hanya selenium (Se) namun senyawa ini memang ada secara alami dan berfungsi menyuburkan tanah (Juliyah, 2014).

## **2. Silika Gel**

Silika gel pertama kali dikenal dalam bentuk hidrogel dan dianggap telah ditemukan oleh Thomas Graham pada tahun 1861. Silika gel tersebut dibuat

melalui pencampuran larutan natrium silikat dan asam hidroklorida. Silika gel merupakan adsorben anorganik yang banyak digunakan di laboratorium kimia terutama untuk fasa diam kromatografi. Luasnya pemakaian silika gel disebabkan oleh sifat-sifat yang dimilikinya, di antaranya adalah inert, netral, dan kereaktifan permukaan yang memiliki daya adsorpsi yang cukup besar (Scott, 1993: 2-4).

Silika gel merupakan silika amorf yang terdiri dari globula-globula  $\text{SiO}_4$  tertrahedron yang tersusun secara tidak teratur dan beragregasi membentuk kerangka tiga dimensi yang lebih besar. Rumus kimia silika gel secara umum adalah  $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ . Struktur satuan mineral silika pada dasarnya mengandung kation  $\text{Si}^{4+}$  yang terkoordinasi secara tertrahedral dengan anion  $\text{O}^{2-}$ . Namun demikian, susunan tetrahedral  $\text{SiO}_4$  pada silika gel tidak beraturan seperti struktur ditunjukkan pada Gambar 1 (Oscik, 1982: 188).



Gambar 1. Rumus Struktur Silika Gel

(Sumber: Oscik, 1982: 188)

### 3. Natrium Silikat

Natrium silikat adalah  $\text{Na}_2\text{O}$  dan  $\text{SiO}_2$  yang khas dari segi rasio penyusunannya dan dapat berubah-ubah sesuai dengan sifat yang dikehendaki.

Salah satu penggunaannya yang terbesar adalah untuk pembuatan silika gel. Penggunaan lain yang cukup penting adalah dalam pembuatan sabun, deterjen, pembersih logam, pengolahan air dan pengolahan kertas (Austin, 1996: 227-228).

Natrium silikat dibuat dengan melebur pasir silika dan natrium karbonat dalam tanur pada suhu 1200-1400°C melalui reaksi sebagai berikut (Speight, 2002: 2481).



Natrium silikat digolongkan sebagai sol silika alkali. Penambahan asam pada natrium silikat akan mengakibatkan terjadinya reaksi antara molekul-molekul silika dalam sol sehingga terbentuk silika gel. Proses pembentukan gel dari natrium silikat disebut proses sol-gel (Brinker & Scherer, 1990: 2).

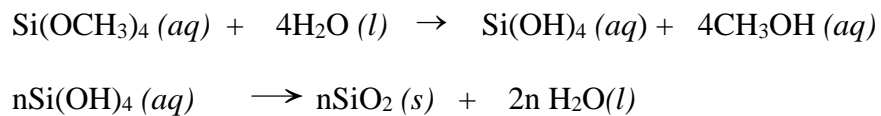
#### **4. Proses Sol Gel**

Proses sol gel merupakan pembentukan jaringan oksida melalui reaksi polikondensasi yang progresif dari molekul prekursor dalam medium cair. Proses ini meliputi transisi sistem dari fase larutan sol menjadi fase padat gel yang berlangsung pada temperatur rendah. Sol merupakan suatu jenis koloid dimana partikel-partikel padat terdispersi dalam satu cairan. Gel merupakan padatan semi kaku dimana di dalam pelarutnya terkandung koloid atau polimer sebagai salah satu komponen penyusunnya (Schubert and Husing, 2000: 192).

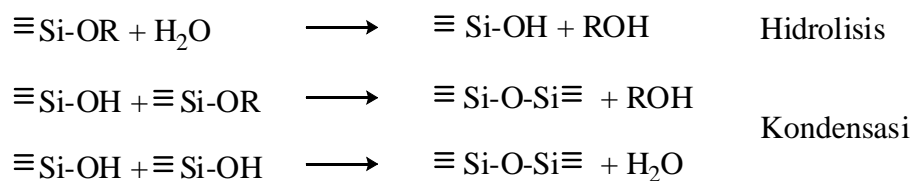
Proses sol-gel secara umum dapat dibagi menjadi beberapa tahap. Tahapan tersebut meliputi pembentukan larutan, pembentukan gel, pengeringan, dan pemadatan. Prinsip dasar dari proses sol-gel adalah

perubahan atau transformasi dari spesies Si-OR atau Si-OH menjadi siloksan Si-O-Si. Mekanisme reaksi dalam proses sol gel dapat berbeda tergantung pada kondisi reaksinya, dalam kondisi asam atau basa. Perbedaan ini dapat dipahami dengan melihat harga titik isoelektrik atau *Piont of Zero Charge* (PZC) dari spesies Si-OH yaitu pH 1,5-4,5 (Schubert and Husing, 2000:200).

Proses sol-gel didasarkan pada larutan yang dapat mengalami hidrolisis. Larutan akan terhidrolisis dengan penambahan sejumlah tertentu air atau pelarut organik seperti metanol atau etanol dan mengalami hidrolisis membentuk gugus silanol Si-OH sebagai intermediet. Gugus silanol ini kemudian terkondensasi membentuk gugus siloksan (-Si-O-Si-). Reaksi hidrolisis dan kondensasi ini terus berlanjut sehingga viskositas larutan meningkat dan terbentuk gel (Brinker and Scherer, 1990: 2-3).



Reaksi kimia yang menyertai proses sol-gel (Schubert and Husing, 2000: 201), adalah sebagai berikut:

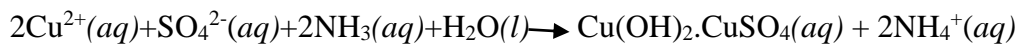


## 5. Logam Tembaga (Cu)

Tembaga adalah logam merah muda yang lunak, dapat ditempa, dan dilihat. Ia melebur pada 1038°C. karena potensial elektroda standarnya positif, (+0,34V untuk pasangan Cu/Cu<sup>2+</sup>), tembaga tak larut dalam asam



klorida dan asam sulfat encer, meskipun dengan adanya oksigen tembaga bisa larut sedikit. Larutan ammonia bila ditambahkan dalam jumlah yang sangat sedikit akan menghasilkan endapan biru suatu garam asam (tembaga sulfat), menurut reaksi:

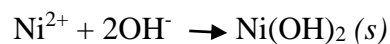


Larut dalam reagensia berlebihan dan terjadi warna biru tua. Larutan natrium hidoksida menghasilkan endapan biru tembaga(II) hidoksida (Vogel, 1985: 229-231).



## 6. Logam Nikel (Ni)

Logam nikel adalah logam putih perak yang keras. Nikel bersifat liat, dapat ditempa dan sangat kukuh. Logam nikel melebur pada 1455°C, dan bersifat sedikit magnetis. Garam-garam nikel(II) yang stabil, diturunkan dari nikel(II) oksida, NiO, yang merupakan zat berwarna hijau. Garam-garam nikel yang terlarut berwarna hijau disebabkan oleh warna dari kompleks heksakuonikelat(II)  $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ . Nikel(III) oksida,  $\text{Ni}_2\text{O}_3$ , yang hitam kecoklatan juga ada, tetapi zat ini melarut dalam asam dengan membentuk ion nikel(II). Larutan ion nikel dengan natrium hidoksida terbentuk endapan hijau nikel(II) hidoksida:



Endapan tidak larut dalam reagensia yang berlebihan. Tidak terjadi endapan jika ada tartrat atau sitrat karena terbentuk kompleks (Vogel, 1985:280-281).

## 7. Asam Asetat

Asam asetat, asam etanoat atau asam cuka adalah senyawa kimia asam organik yang dikenal sebagai pemberi rasa asam dan aroma dalam makanan. Asam cuka memiliki rumus empiris  $C_2H_4O_2$ . Rumus ini seringkali ditulis dalam bentuk  $CH_3-COOH$ ,  $CH_3COOH$ , atau  $CH_3CO_2H$ . Asam asetat murni (*asam asetat glasial*) adalah cairan higroskopis tak berwarna, dan memiliki titik beku  $16,7^\circ C$ .

Asam asetat merupakan salah satu asam karboksilat paling sederhana setelah asam format. Larutan asam asetat dalam air merupakan sebuah asam lemah, artinya hanya terdisosiasi sebagian menjadi ion  $H^+$  dan  $CH_3COO^-$ . Asam asetat merupakan pereaksi kimia dan bahan baku industri yang penting. Asam asetat digunakan dalam produksi polimer seperti polietilena tereftalat, selulosa asetat, dan polivinil asetat, maupun berbagai macam serat dan kain. Dalam industri makanan, asam asetat digunakan sebagai pengatur keasaman ([http://id.wikipedia.org/wiki/Asam\\_asetat](http://id.wikipedia.org/wiki/Asam_asetat)).

Kelarutan senyawa asam asetat umumnya normal, terkecuali perak dan merkuri(I) asetat yang sangat sedikit larut, dengan mudah larut dalam air. Beberapa asetat basa, misalnya asetat basa dari besi, aluminium, dan kromium, tak larut dalam air. Asam bebasnya,  $CH_3COOH$  adalah cairan yang tak berwarna dengan bau yang menusuk, dengan titik didih  $117^\circ C$ , titik lebur  $17^\circ C$  dan dapat bercampur dengan air dalam semua perbandingan; zat ini bersifat korosif terhadap kulit manusia (Vogel, 1985: 390).

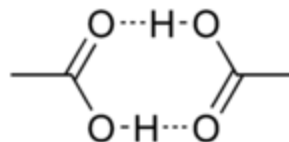
## 8. Keasaman

Tipe permukaan dari mineral tanah dan abu dicirikan oleh bidang gugus hidroksil (OH) yang terbuka, sehingga permukaan ini disebut dengan permukaan oksihidroksida. Keberadaan gugus OH pada tepi kristal atau pada bidang yang terbuka menimbulkan muatan negatif. Hidrogen dari hidroksil tersebut terurai dan permukaan spesies menjadi bermuatan berubah-ubah tergantung pH dan tipe koloid (Kim H. Tan, 1991: 150-152).

Atom hidrogen (H) pada gugus karboksil (-COOH) dalam asam karboksilat seperti pada asam asetat dilepaskan sebagai ion  $H^+$  (proton), sehingga memberikan sifat asam. Asam asetat adalah asam lemah monoprotik dengan nilai  $pK_a=4,8$ . Basa konjugasinya adalah asetat ( $CH_3COO^-$ ). Sebuah larutan 1,0 M asam asetat (kira-kira sama dengan konsentrasi pada cuka rumah) memiliki pH sekitar 2,4. Dimer siklis dari asam asetat ditunjukkan dalam Gambar 2.



Dimer Siklis



Gambar 2. Dimer Siklis dari Asam Asetat, Garis Putus-Putus Melambangkan Ikatan Hidrogen.

Struktur molekul asam asetat menunjukkan bahwa molekul-molekul asam asetat berpasangan membentuk dimer yang dihubungkan oleh ikatan

hidrogen. Dimer juga dapat dideteksi pada uap bersuhu 120°C. Dimer juga terjadi pada larutan encer di dalam pelarut tak berikatan hidrogen, dan kadang-kadang pada cairan asam asetat murni.

## **9. Kadar Air**

Kadar air total dalam hal ini didefinisikan sebagai banyaknya air yang dilepaskan oleh silika gel kering akibat pemanasan pada 600°C selama 2 jam. Pada pemanasan 120-580°C dan 580-700°C berat silika mengalami penurunan yang diakibatkan oleh pelepasan molekul air. Pada temperatur 120-580°C terjadi proses pemutusan ikatan hydrogen pada lapisan pertama sedangkan pada temperatur di atas 580°C berlangsung kondensasi gugus silanol (Nuryono & Narsito, 2005: 28).

## **10. Adsorpsi (penjerapan)**

Adsorpsi secara umum adalah proses akumulasi/ pengumpulan substansi terlarut yang ada dalam larutan oleh permukaan benda atau zat penyerap. Adsorpsi adalah masuknya bahan yang menggumpal dalam suatu zat padat. Proses adsorpsi dapat mengalami peningkatan apabila luas permukaan adsorben diperluas. Jumlah situs yang banyak pada permukaan adsorben juga akan mempengaruhi proses adsorpsi, dengan keberadaan situs aktif yang lebih banyak akan meningkatkan zat yang teradsorpsi (Sukardjo, 1984: 292).

Adsorpsi merupakan salah satu metode yang sering digunakan untuk menghilangkan ion logam berat dari limbah industri kimia. Adsorpsi sangat kompetitif dengan biaya yang ekonomis dan efektif serta proses yang efisien untuk menghilangkan zat warna, logam berat, dan material atau senyawa

berbahaya lainnya seperti pengotor organik dan anorganik dari limbah cair (Annadurai *et al*, 2002: 191).

Adsorpsi terjadi dengan dua cara yaitu kimisorpsi (adsorpsi kimia) dan fisisorpsi (adsorpsi fisika). Kimisorpsi melibatkan pembentukan ikatan kimia antara adsorbat dan adsorben sedangkan pada fisisorpsi hanya melibatkan interaksi yang lebih lemah berupa polarisasi adsorbat dan adsorben. Secara eksperimen, proses adsorpsi dari larutan relatif lebih sederhana dibandingkan adsorpsi dari fase gas tetapi secara teoritis adsorpsi dari larutan lebih kompleks dibandingkan adsorpsi gas. Hal ini dikarenakan pada adsorpsi dari larutan selalu meliputi kompetisi antara zat terlarut dan pelarut atau antara komponen-komponen dalam larutan untuk berinteraksi dengan situs-situs aktif adsorben.

Situs-situs aktif pada permukaan adsorben dapat digolongkan sebagai ligan-ligan yang dapat mengikat ion-ion ligan secara selektif. Berdasarkan prinsip *Hard and Soft Acid Bases (HSAB)*, ligan-ligan dengan atom yang sangat elektronegatif dan berukuran kecil merupakan basa keras sedangkan ligan-ligan dengan atom yang elektron valensinya mudah terpolalisasi akibat pengaruh ion luar merupakan basa lemah. Ion-ion logam yang berukuran besar dan bermuatan kecil, elektron terluarnya mudah terpengaruh oleh ion-ion lain. Asam keras akan berinteraksi dengan basa lunak membentuk kompleks yang stabil. Interaksi antara asam keras dan basa keras merupakan interaksi ionik sedangkan asam lunak akan berinteraksi dengan basa lunak merupakan interaksi kovalen (Amun Amri, dkk, 2004: 112).

Faktor-faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi antara lain:

1. Luas permukaan adsorben

Semakin luas permukaan adsorben maka semakin banyak adsorbat yang teradsorpsi.

2. Ukuran molekul adsorbat

Molekul yang besar akan mudah teradsorpsi daripada molekul yang kecil, tetapi pada difusi pori molekul-molekul yang besar akan mengalami kesulitan untuk teradsorpsi akibat konfigurasi molekul yang tidak mendukung.

3. Konsentrasi adsorbat

Konsentrasi adsorbat yang tinggi akan menghasilkan daya dorong (*driving force*) yang tinggi bagi molekul adsorbat untuk masuk ke dalam situs aktif adsorben.

4. Suhu

Pengaturan suhu akan mempengaruhi kecepatan proses adsorpsi.

5. pH

pH mempengaruhi terjadinya ionisasi ion hydrogen dan ion ini sangat kuat teradsorpsi. Asam organik lebih mudah teradsorpsi pada pH rendah sedangkan basa organik terjadi pada pH tinggi.

6. Waktu pengadukan

Waktu pengadukan yang relatif lama akan memberikan waktu kontak yang lebih lama terhadap adsorben untuk berinteraksi dengan adsorbat.

## 11. Spektroskopi *Fourier Transfrom Infra Red* (FTIR)

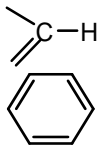
Hampir setiap senyawa yang memiliki ikatan kovalen, apakah senyawa organik atau anorganik, akan menyerap berbagai frekuensi radiasi elektromagnetik dalam daerah spektrum FTIR. Daerah spektrum elektromagnetik inframerah terletak pada panjang gelombang yang lebih panjang bila dibandingkan dengan daerah sinar tampak, yang terletak dari panjang gelombang sekitar 400 nm hingga 800 nm ( $1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$ ), tetapi terletak pada panjang gelombang yang lebih pendek daripada gelombang mikro, yang mempunyai panjang gelombang lebih besar daripada 1 nm (Hardjono, 1992: 1).

Radiasi dalam kisaran energi ini sesuai dengan kisaran frekuensi vibrasi rentangan (*stretching*) dan vibrasi bengkokkan (*bending*) dari ikatan kovalen dalam kebanyakan molekul. Dalam proses penyerapan maka energi yang diserap akan menaikkan amplitudo gerakan vibrasi ikatan dalam molekul. Namun demikian, perlu dicatat, bahwa tidak semua ikatan dalam molekul dapat menyerap energi inframerah, meskipun frekuensi radiasi tetap sesuai dengan gerakan ikatan. Hanya ikatan yang mempunyai momen dipol yang dapat menyerap radiasi inframerah.

Kegunaan yang lebih penting dari spektrum FTIR adalah memberikan keterangan tentang molekul. Serapan setiap tipe ikatan (N – H, C – H, O – H, C – X, C = O, C – O, C – C, C = C, C = N, dan sebagainya) hanya diperoleh dalam bagian-bagian kecil tertentu dari daerah vibrasi FTIR. Kisaran serapan

yang kecil dapat digunakan untuk menentukan setiap tipe ikatan (Hardjono, 1992: 3-4). Adapun karakteristik serapan ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Karakteristik Serapan FTIR dari Beberapa Gugus Fungsional.

Gugus fungsional	Posisi pita ( $\text{cm}^{-1}$ )	Intensitas absorpsi
Alkana, gugus alkil C-H	2850-2960	Sedang
C=C alkena	1620-1680	Medium
Alkohol O-H C-O	3400-3640 1050-1150	Kuat, lebar Kuat
Aromatis 	3030 1600, 1500	Medium Kuat
C=O keton	1850-1630	Kuat

Suatu senyawa dengan gugus spesifik akan terdeteksi pada bilangan gelombang tertentu pada spektra FTIR. Menurut Mashudi (2015: 35) adanya gugus-gugus dalam silika gel dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Gugus Fungsi Senyawa Silika Gel

Gugus Fungsi	Bilangan gelombang Literatur ( $\text{cm}^{-1}$ )
Vibrasi gugus Si-O	465-475
Vibrasi gugus OH dari Si-O	800-870
Vibrasi asimetri gugus Si-O-Si	1050-1115
Vibrasi gugus OH (molekul air)	1639
Vibrasi gugus OH	3000-4000



Gambar instrumen alat FTIR dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Instrumen FTIR

(Sumber: <https://www.shimadzu.nl/infrared-microscope> )

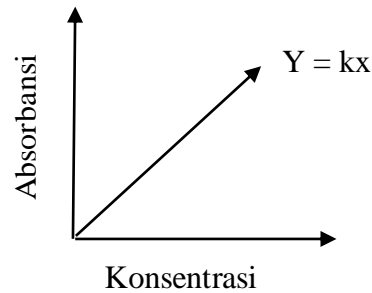
## 12. Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

*Atomic Absorption Spectroscopy* atau disebut AAS merupakan metode penentuan kadar unsur-unsur logam dan unsur yang bersifat logam yang terdapat dalam suatu cuplikan berkadar rendah. Dasar metodenya adalah interaksi antara tenaga radiasi dengan atom yang dianalisis. Jika atom menyerap tenaga foton dari sinar tampak atau ultraviolet yang sesuai maka elektron valensi dari atom akan berpindah dari tingkat tenaga dasar ke tingkat tereksitasi. Setiap atom akan memiliki panjang gelombang serapannya juga berbeda. Besarnya serapan merupakan fungsi dari banyaknya atom yang ada (Kealy and Haines, 2002: 218-219).

Hubungan antara absorpsi radiasi dan banyaknya atom dirumuskan dalam Hukum Lambert Beer  $A = a \cdot b \cdot C$

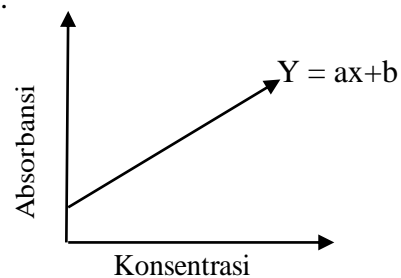
keterangan	$A$ = absorbansi	$a$ = absorpsivitas molar
	$b$ = tebal medium	$C$ = konsentrasi

Berdasarkan rumus di atas maka dapat digunakan dalam grafik sebagai berikut dimana hubungan konsentrasi dan absorbansi merupakan perbandingan langsung dan ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Kurva absorbansi Vs Konsentrasi dengan Persamaan  $y=Kx$

Namun kenyataannya sangat jarang didapatkan hasil dengan perbandingan konsentrasi dan absorbansi  $y = kx$ , lebih sering didapatkan kurva sebagai berikut:



Gambar 5. Kurva absorbansi Vs Konsentrasi dengan Persamaan  $y=ax+b$

Kurva tersebut merupakan kurva kalibrasi yang menyatakan hubungan antara absorbansi (Y) dengan konsentrasi (X). Konsentrasi ion logam dalam cuplikan dapat diperoleh dengan cara mensubstitusikan absorbansi larutan cuplikan ke dalam persamaan garis tersebut.

Gambar instrumen SSA dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Instrumen SSA

(Sumber: <https://wytr33.wordpress.com/2012/10/09/motode-penelitian/>)

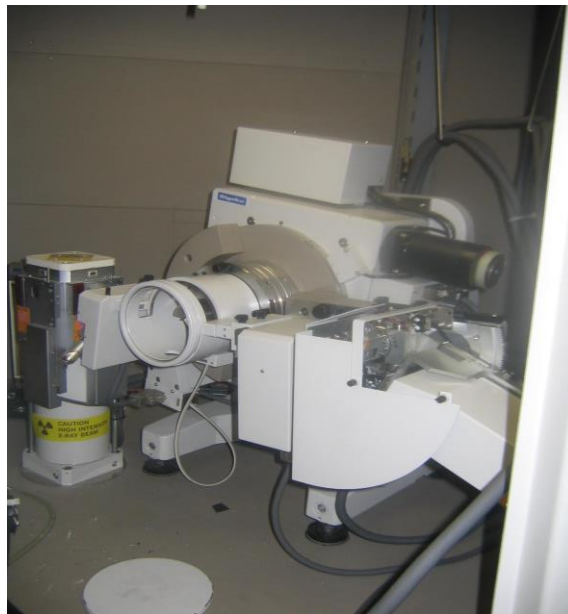
### 13. XRD

Difraksi sinar-X (XRD) merupakan salah satu metode karakterisasi untuk menentukan parameter kisi dan struktur dari suatu Kristal. Pada prinsipnya, XRD ini menganalisa efek difraksi akibat interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan materi yang akan diselidiki struktur kristalnya amorf atau kristalin. Jarak antar atom pada kristal dan molekul berkisar 0,15-0,4 nm sesuai spektrum elektromagnetik berdasarkan panjang gelombang sinar-X dengan energi foton antara 3-8 kV (Birkholz, 2006).

Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang  $10^{-10}$ . Sinar ini terbentuk akibat pembagian spektrum elektromagnetik antara sinar  $\gamma$  dan ultraviolet. Sinar-X mampu menyelidiki struktur kristal dari suatu padatan pada tingkat atomik. Bagian dalam suatu atom yang merupakan suatu padatan berada di daerah yang sama dengan panjang gelombang sinar-X,

kemudian sinar-X dapat melewati padatan. Hal tersebut merupakan alasan mengapa sinar-X dipantulkan dari atom ke dalam kristal.

Metode difraksi dapat digunakan untuk mengetahui jarak rata-rata antar bidang atom dan menentukan orientasi dari kristal tunggal. Untuk mengetahui ukuran kristal dapat diketahui dengan melihat puncak-puncak yang ada pada difraktogram. Kegunaan metode ini adalah untuk menentukan struktur kristal yaitu bentuk dan ukuran kristal, pengindeksan bidang kristal dan jumlah atom per sel satuan. Metode ini juga digunakan untuk analisis kimia yaitu identifikasi kristal, penentuan kemurnian hasil sintesis dan deteksi senyawa baru. Dasar dari analisis kimia adalah bahwa setiap jarak antar bidang kristal (d) karakteristik untuk materi tertentu. Gambar instrumen XRD dapat dilihat pada Gambar 7.



Gambar 7. Instrumen XRD

(Sumber: [www.chem.sc.edu/faculty/zurloye/XRDTutorial\\_2013.pdf](http://www.chem.sc.edu/faculty/zurloye/XRDTutorial_2013.pdf))

## B. Penelitian yang Relevan

Meitami Wardani (2011) telah berhasil mensintesis silika gel dari abu *bagasse* dengan jenis asam lemah terhadap adsorpsi ion logam nikel(II) dan tembaga(II). Sintesis silika gel dari natrium silikat direaksikan dengan asam asetat, asam propanoat, dan asam sitrat dengan konsentrasi masing-masing 3M sampai pH 7, didiamkan selama 24 jam dan dikeringkan dengan temperatur 120°C selama 2 jam dan digerus hingga lolos ayakan ukuran 200 mesh. Silika gel hasil sintesis dikarakterisasi meliputi keasaman, kadar air, spektra FTIR dan uji daya adsorpsinya terhadap ion logam nikel(II) dan tembaga(II). Keasaman Kiesel Gel 60G, SGAB-CH<sub>3</sub>COOH, SGAB-C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>COOH, dan SGAB-C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>.H<sub>2</sub>O masing-masing adalah 7,7563; 6,8355; 5,9130 dan 7,5736 mmol/gram, kadar air 9,983; 11,085; 13,914 dan 17,423% dengan rumus kimia SiO<sub>2</sub>0,3699H<sub>2</sub>O; SiO<sub>2</sub>0,4158H<sub>2</sub>O; SiO<sub>2</sub>0,5390H<sub>2</sub>O dan SiO<sub>2</sub>0,7037H<sub>2</sub>O. Besarnya daya adsorpsi terhadap ion logam tembaga(II) berturut-turut 0,74730; 0,16583; 0,43623 dan -0,01093. Sedangkan besarnya daya adsorpsi terhadap ion logam nikel(II) berturut-turut 0,0007521; 0,0976162; -0,134521 dan -0,005982 mg/gram.

Susila Kristianingrum, dkk (2011) telah mensintesis silika gel dari abu *bagasse*, dan mempelajari karakteristiknya serta pengaruh jenis asam kuat dan lemah terhadap daya adsorpsi dan efisiensi adsorpsi pada ion logam tembaga(II) sehingga dapat diketahui daya adsorpsi dan efisiensi adsorpsi yang paling optimal. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa silika gel hasil sintesis dengan asam klorida, asam sulfat, asam asetat, dan asam sitrat 3M

mempunyai nilai keasaman berturut-turut sebesar 8,320; 6,554; 6,836 dan 7,574 mmol/g. Sedangkan kadar air masing-masing 12,880; 15,118; 11,085 dan 17,423%. Hasil karakterisasi gugus fungsi dengan spektroskopi infra merah menunjukkan bahwa silika gel hasil sintesis mempunyai kemiripan dengan kiesel gel 60G. Jenis asam kuat dan lemah yang digunakan dalam sintesis mempunyai nilai daya adsorpsi dan efisiensi adsorpsi ion logam tembaga(II) yang berbeda.

Dwi Erikawati (2015) telah berhasil mensintesis silika gel dari abu vulkanik Gunung Kelud dengan asam klorida terhadap terhadap ion logam kromium(VI) dan timbal(II). Sintesis dilakukan dengan metode sol-gel yaitu dengan menambahkan asam klorida dengan konsentrasi 1M, 2M, dan 3M ke dalam 20 mL natrium silikat disertai pengadukan sampai netral, didiamkan selama 18 jam dan dikeringkan menggunakan oven. Silika gel hasil sintesis diuji adsorpsinya terhadap ion logam kromium(VI) dan timbal(II) dengan cara memasukan silika gel ke dalam larutan kromium(VI) dan timbal(II) 10 ppm, dikocok menggunakan *shaker* selama 90 menit dan disentrifugasi selama 30 menit dengan kecepatan 2000 rpm. Hasil menunjukan bahwa konsentrasi asam klorida untuk menghasilkan silika gel maksimum adalah 3M dengan efisiensi produksi sebesar 27,55%. Efisiensi adsorpsi maksimum terhadap ion logam kromium(VI) adalah 15,48% dengan penambahan konsentrasi asam format 3M. sedangkan efisiensi maksimum terhadap ion logam Pb(II) adalah 95,35% dengan penambahan asam klorida 2M.

Penelitian Handini & Susila K (2015) yang berjudul “Sintesis Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Asam Sulfat dan Uji Adsorpsivitasnya terhadap Ion Logam Cr(VI) dan Pb(II)”, menunjukkan bahwa asam sulfat 5M paling optimal menghasilkan silika gel dengan karakter gugus fungsi silika gel hasil sintesis mirip dengan Kiesel gel 60G. Kenaikan konsentrasi asam menyebabkan kenaikan keasaman, kadar air, daya jerap dan efisiensi penjerapan terhadap ion logam Cr(VI). Variasi konsentrasi asam tidak berpengaruh terhadap efisiensi penjerapan dan daya jerap terhadap ion Pb(II).

Sintesis adsorben dari abu vulkanik Gunung Kelud yang dilakukan dalam penelitian ini memiliki relevansi dengan penelitian yang dilakukan oleh Meitami Wardani (2011), Susila Kristianingrum, dkk (2011), Dwi Erikawati (2015) dan Handini & Susila Kristianingrum (2015), yaitu penggunaan metode sol-gel dan karakterisasi yang dilakukan. Perbedaannya adalah terletak pada asam yang digunakan, asam yang digunakan dalam penelitian ini yaitu asam asetat, dengan variasi konsentrasi 1M, 3M, dan 5M. Karakterisasi dilakukan dengan analisis kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatifnya dilakukan dengan menggunakan spektroskopi FTIR untuk mengetahui gugus-gugus fungsional yang terdapat dalam abu vulkanik dan XRD untuk mengetahui struktur kristalnya, kemudian hasil karakterisasi adsorben hasil sintesis tersebut dibandingkan dengan karakteritik Kiesel Gel 60G buatan E-Merck. Sedangkan analisis kuantitatif meliputi analisis kadar air, keasamaan, dan daya adsorpsinya terhadap ion logam nikel(II) dan tembaga(II).

### C. Kerangka Berpikir

Abu vulkanik yang dihasilkan dari letusan Gunung Kelud pada tahun 2014 menyebar hingga kota Solo dan Yogyakarta. Abu vulkanik ini berdampak luas baik terhadap kesehatan, pertanian, peternakan, dan kondisi lahan. Kandungan  $\text{SiO}_2$  dalam abu vulkanik cukup besar yaitu sebesar 52,31% dapat dimodifikasi sebagai bahan adsorben yaitu silika gel.

Silika gel merupakan padatan yang terdiri atas tetrahedral  $\text{SiO}_4$  dan tersusun dalam kisi ruang tidak beraturan dan bergabung membentuk kerangka tiga dimensi yang lebih besar. Silika gel merupakan salah satu padatan anorganik yang dapat dimanfaatkan untuk adsorpsi logam berat. Rumus kimia silika gel secara umum adalah  $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ . Struktur satuan mineral silika pada dasarnya mengandung kation  $\text{Si}^{4+}$  yang terkoordinasi secara tetrahedral dengan anion  $\text{O}^{2-}$ .

Silika gel merupakan salah satu padatan anorganik yang dapat digunakan untuk keperluan adsorpsi karena memiliki gugus silanol ( $\text{Si-OH}$ ) dan siloksan ( $\text{Si-O-Si}$ ) yang merupakan sisi aktif pada permukaannya. Disamping itu silika gel mempunyai pori-pori yang luas, berbagai ukuran partikel dan area permukaan yang khas (Susila Kristianingrum, 2011: 2). Pemanfaatan silika gel secara umum adalah sebagai penjerap uap air pada penyimpanan berbagai bahan yang bersifat higroskopis. Pemanfaatan lain yaitu sebagai fasa diam pada analisis kromatografi.

Berdasarkan beberapa hal di atas, pada penelitian ini akan dilakukan proses sintesis adsorben dengan bahan baku abu vulkanik Gunung Kelud yang



akan digunakan untuk adsorpsi ion logam tembaga(II) dan nikel(II). Adsorben dibuat dengan penambahan asam asetat berbagai konsentrasi yaitu 1M, 3M, dan 5M ke dalam natrium silikat menggunakan metode sol-gel. Pada penelitian sebelumnya oleh Meitami Wardani (2011) telah berhasil mensintesis silika gel dengan menggunakan asam asetat, asam propanoat, dan asam sitrat dengan konsentrasi masing-masing 3M. Pada penelitian ini diharapkan dapat mensintesis adsorben dari abu Gunung Kelud 2014 dengan asam asetat, dapat mengetahui daya adsorpsi dan efisiensi adsorpsi adsorben hasil sintesis dengan asam asetat terhadap ion logam tembaga(II) dan nikel(II) melalui metode SSA serta mengetahui karakter gugus fungsi melalui spektra FTIR dan struktur kristal adsorben hasil sintesis melalui metode XRD.

### **BAB III METODE PENELITIAN**

#### **A. Subjek dan Objek Penelitian**

##### **1. Subjek penelitian**

Subjek penelitian adalah adsorben hasil sintesis dari abu vulkanik Kelud 2014.

##### **2. Objek penelitian**

Objek penelitian adalah karakter adsorben hasil modifikasi yang meliputi keasaman, kadar air, spektra FTIR, XRD, dan daya adsorpsi serta efisiensi adsorpsi terhadap ion logam Cu(II) dan Ni(II).

#### **B. Teknik Pengambilan Sampel**

Teknik pengambilan sampel dalam penelitian ini dilakukan secara “*purposive sampling*”, abu diperoleh dari abu vulkanik Kelud yang berada dari Daerah Istimewa Yogyakarta pada periode Februari 2014.

#### **C. Variabel Penelitian**

##### **1. Variabel bebas**

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah konsentrasi  $\text{CH}_3\text{COOH}$  yaitu 1 M, 3 M, dan 5 M dan ion logam yang diadsorpsi yaitu ion logam Cu(II) dan Ni(II).

##### **2. Variabel terikat**

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah karakter silika gel yang meliputi keasaman, kadar air, daya adsorpsi dan efisiensi adsorpsi adsorben silika gel terhadap ion logam Cu(II) dan ion logam Ni(II).

#### D. Alat dan Bahan

1. Alat yang digunakan :

- a. Seperangkat alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) merk Shimadzu AA-6200
- b. Seperangkat alat FTIR merk Nicolet Avatar 30-IR
- c. Seperangkat alat XRD
- d. Alat gelas pendukung
- e. Alat plastik pendukung
- f. Penyaring Buchner
- g. *Muffle Furnace* merk Ucida IMF 72
- h. Pompa vakum
- i. Oven
- j. Timbangan analitik merk AND HF 300
- k. *Magnetic stirrer* merk Eyela Mazela Z
- l. Ayakan 200 mesh
- m. Teflon
- n. Kaca arloji
- o. Desikator
- p. *Ball pipet*
- q. pH meter
- r. Mortar
- s. Krus porselin
- t. Spatula

## 2. Bahan yang digunakan

- a. Abu Vulkanik Kelud
- b. NaOH p.a Merck
- c. CH<sub>3</sub>COOH p.a Merck
- d. HCl p.a Merck
- e. Larutan induk Cu(II)
- f. Kiesel Gel 60G Merck
- g. Akuademineralisata
- h. Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>·10H<sub>2</sub>O p.a Merck
- i. Indikator fenofltalein
- j. Indikator metil jingga
- k. Kertas saring Whatman No. 42
- l. Kertas pH universal
- m. akuadest

## E. Validasi Instrumen

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini diasumsikan telah mempunyai validitas dan reabilitas yang tinggi sehingga tidak perlu dilakukan pengujian validitas dan reabilitas.

## F. Prosedur Penelitian

### 1. Preparasi Abu Vulkanik

Abu Gunung Kelud diayak menggunakan ayakan yang lolos 200 mesh, sebanyak 50 gram abu vulkanik hasil pengayakan ditempatkan pada porselin kemudian dikalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu 700°C selama 4 jam.

Abu halus sebanyak 25 g dicuci dengan menggunakan 150 ml larutan HCl 0,1 M melalui pengadukan selama 1 jam dan didiamkan selama 24 jam kemudian diuji menggunakan kertas pH universal Merck. Lalu abu tersebut disaring dengan kertas saring whatman no. 42 dan dibilas dengan aquademineralisata hingga netral. Setelah itu diuji menggunakan kertas pH universal Merck. Abu vulkanik halus tersebut kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 110°C selama 2 jam. Abu kering tersebut ditimbang dan diambil 0,1 gram untuk dikarakterisasi dengan FTIR dan XRD. Selanjutnya abu vulkanik digunakan untuk pembuatan natrium silikat.

## **2. Pembuatan larutan Natrium Silikat**

Sebanyak 6 gram abu vulkanik hasil kalsinasi dicampur dengan 200 mL NaOH 3 M sambil diaduk sampai mendidih selama 1 jam. Campuran didiamkan sampai dingin, kemudian larutan disaring dengan kertas saring whatman no.42, dan filtrat hasil penyaringan digunakan untuk sintesis silika gel.

## **3. Sintesis Silika Gel**

Sebanyak 20 mL larutan natrium silikat ditempatkan dalam wadah kemudian ditambahkan larutan CH<sub>3</sub>COOH 1 M secara perlahan sambil diaduk sampai terbentuk gel atau kondensasi larutan natrium silikat dengan larutan asam sampai pH 7. Kemudian gel yang terbentuk didiamkan selama 24 jam dan disaring menggunakan kertas saring Whatman no.42. Gel tersebut dikeringkan menggunakan oven pada temperatur 110° C selama 1 jam. Silika gel kemudian digerus dan diayak. Silika gel hasil sintesis dikarakterisasi

dengan spektroskopi FTIR untuk mengetahui gugus fungsional. Selanjutnya dibandingkan dengan karakteristik dari Kiesel Gel 60 G buatan E-Merck.

Percobaan diulangi dengan menggunakan penambahan asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) dengan konsentrasi 3 M dan 5 M. Supaya tidak terjadi kekeliruan maka hasil sintesis diberi kode tertentu.

#### **4. Penentuan Keasaman Silika Gel**

Keasaman silika gel hasil sintesis dalam penelitian ini ditentukan dengan metode volumetri. Metode volumetri dilakukan dengan cara merendam 0,1 gram silika gel dalam 15 mL larutan NaOH 0,1 M yang telah distandarisasi selama 24 jam. Silika gel dipisahkan dari campuran dengan cara didekantir. Larutan NaOH yang telah bereaksi dengan silika gel dititrasi dengan larutan standar HCl 0,1 M menggunakan indikator fenolftalein. Keasaman satu gram sampel diperoleh dari selisih jumlah mmol NaOH awal dengan mmol NaOH setelah perendaman 24 jam. Penentuan keasaman ini dilakukan pada silika gel hasil sintesis dengan variasi konsentrasi asam serta Kiesel Gel 60G buatan E-Merck sebagai pembanding. Penentuan dilakukan secara *duplo*.

#### **5. Penentuan Kadar Air Silika Gel**

Sebanyak 0,1 gram silika gel dipanaskan dalam oven pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  selama 4 jam kemudian didinginkan dan ditimbang. Setelah itu, dipijarkan dalam *muffle furnace* pada temperatur  $600^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Sampel kemudian didinginkan dan ditimbang kembali. Kadar air dihitung dengan mengurangkan berat silika gel sebelum pemijaran (sesudah pemanasan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 4 jam) dengan berat silika gel setelah pemijaran dibagi

berat silika gel awal dikali 100%. Penentuan kadar air ini dilakukan pada silika gel hasil sintesis serta Kiesel gel 60G buatan E-Merck secara *duplo*.

## 6. Adsorpsi Ion Logam Cu(II) dan Ni(II)

Sebanyak 0,1 g silika gel hasil sintesis diinteraksikan dengan larutan simulasi Cu(II) 10 ppm dalam botol gelap kemudian campuran tersebut diaduk dalam alat *shacker* selama 90 menit dan didiamkan semalam agar terjadi proses adsorpsi sempurna atau maksimal. Selanjutnya campuran di-sentrifuge selama 30 menit dengan kecepatan 2000 rpm untuk memisahkan endapan. Kemudian dilakukan penyaringan dan filtrat yang diperoleh dianalisis secara SSA (spektroskopi serapan atom). Penjerapan ini juga dilakukan terhadap Kiesel Gel 60G buatan Merck sebagai pembanding. Hal yang sama dilakukan pula pada ion logam Ni(II).

## 7. Pembuatan Larutan Standar Cu(II) dan Nikel(II) berbagai konsentrasi

Sebelum dibuat larutan Cu(II) untuk pembuatan kurva standar (1, 2, 3, 4, 5, 6, dan 8 ppm) terlebih dahulu dibuat larutan induk dengan konsentrasi yang lebih besar yaitu 1000 ppm dengan volume 100mL.

Massa kristal  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  untuk membuat larutan ion logam Cu(II) dihitung dengan persamaan:

$$m \text{ CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{volume larutan yg dibuat (mL)} \times \text{Mr senyawa} \left(\frac{\text{g}}{\text{mol}}\right) \times \text{kadar logam (ppm)}}{\text{Jumlah logam dalam senyawa (atom)} \times \text{Ar logam} \left(\frac{\text{g}}{\text{mol}}\right) \times 1000}$$

$$\text{Massa kristal Cu(II)} = \frac{100 \text{ mL} \times 249,6850 \text{ g/mol} \times 1000 \text{ ppm}}{1 \times 63,5 \times 1000}$$

$$\text{Massa kristal Cu(II)} = 0,393 \text{ g}$$

Menimbang 0,393 gram kristal  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  kemudian dilarutkan dengan akuademineralisata hingga volume 100 mL.

Massa kristal  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  = untuk membuat larutan ion logam Ni(II) dihitung dengan persamaan:

$$\text{Massa Ni}(\text{NO}_3)_2 = \frac{V \text{ larutan yang dibuat (mL)} \times \text{Mr senyawa} \left( \frac{\text{g}}{\text{mol}} \right) \times \text{kadar logam (ppm)}}{\text{Jumlah logam dalam senyawa (atom)} \times \text{Ar logam} \left( \frac{\text{g}}{\text{mol}} \right) \times 1000}$$

$$\text{Massa kristal Ni(II)} = \frac{100 \times 290,81 \times 100}{1 \times 58,7 \times 1000}$$

$$\text{Massa kristal Ni(II)} = 495,417 \text{ g}$$

Sebanyak 495,417 gram kristal Ni(II) dilarutkan dengan akuademineralisata sehingga volume 100 mL.

Pembuatan larutan standar Cu(II) dan Ni(II) dilakukan dengan mengencerkan larutan induk  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  1000 ppm berdasarkan rumus sebagai berikut:  $V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$

Keterangan:

$V_1$  = Volume awal larutan (mL)

$V_2$  = Volume akhir larutan (mL)

$M_1$  = konsentrasi awal larutan (ppm)

$M_2$  = konsentrasi akhir larutan (ppm)

Pembuatan larutan standar Cu(II) dan Ni(II) 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm dilakukan dengan mengambil larutan induk Cu(II) dan Ni(II) 1000 ppm sebanyak 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 dan 1,0 mL kemudian masing-masing ditambahkan akuademineralisata hingga 100 mL.



## G. Teknik Pengumpulan Data

Data yang diperoleh dari penelitian ini berupa data kualitatif dan kuantitatif.

### 1. Data kualitatif

Data kualitatif diperoleh dari analisis spektra FTIR dan XRD

### 2. Data kuantitatif

Data kuantitatif yang diperoleh meliputi keasaman, kadar air, dan hasil SSA banyaknya ion logam Cu(II) dan ion logam Ni(II) sebelum dan setelah adsorpsi.

## H. Teknik Analisis Data

Data yang diperoleh dalam penelitian ini akan dianalisis secara deskriptif meliputi:

### 1. Penentuan Keasaman Adsorben

Penentuan keasaman adsorben dihitung dengan rumus berikut:

$$\begin{aligned}\text{Keasaman (mmol/gram)} &= \frac{\text{jumlah NaOH awal (mmol)} - \text{jumlah NaOH sisa (mmol)}}{\text{Berat silika gel (gram)}} \\ &= \frac{(V \text{ NaOH} \times M \text{ NaOH}) - (V \text{ HCl} \times M \text{ HCl})}{\text{Berat silika gel (gram)}}\end{aligned}$$

Jumlah NaOH sisa ekuivalen dengan jumlah NaOH yang digunakan untuk titrasi.

## 2. Penentuan Kadar Air Adsorben

Kadar air dalam adsorben dapat dihitung dengan rumus berikut:

$$\text{Kadar Air} = \frac{\text{Berat adsorben sebelum pemijaran} - \text{setelah pemijaran}}{\text{Berat adsorben mula-mula}} \times 100\%$$

Berdasarkan kadar air dari perhitungan di atas, dengan mengasumsikan bahwa kandungan adsorben hanya berupa H<sub>2</sub>O dan SiO<sub>2</sub> maka didapatkan rumus molekul adsorben adalah SiO<sub>2</sub>.xH<sub>2</sub>O. Nilai x pada SiO<sub>2</sub>.xH<sub>2</sub>O dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\begin{aligned} \% \text{SiO}_2 &= 100\% - \% \text{air} \\ x &= \frac{\% \text{H}_2\text{O}}{18,0154} \times \frac{60,0828}{\% \text{SiO}_2} \end{aligned}$$

## 3. Pengukuran Larutan Standar

- Pengukuran absorbansi dari larutan ion logam Cu(II) dan Ni(II) dengan AAS
- Membentuk grafik antara Konsentrasi (C) dengan Absorbansi (A)
- Menentukan persamaan dalam bentuk  $y = a x + b$

Keterangan:

y = Absorbansi                      a = slope

b = konstanta                      x = konsentrasi ion logam Cu(II) & Ni(II)

- Mensubstitusikan nilai absorbansi larutan supernatan

Harga x merupakan konsentrasi ion logam Cu(II) dan Ni(II) yang masih tertinggal dalam larutan supernatan.

### 3. Perhitungan Daya Adsorpsi dan Efisiensi Adsorpsi Adsorben Terhadap Ion Logam Cu(II) dan Ni(II)

Daya adsorpsi dan efisiensi adsorpsi silika gel terhadap ion logam Cu(II) dan Ni(II) dapat diketahui dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$D = \frac{C_o - C_1}{m} \times V \qquad E_p = \frac{C_o - C_1}{C_o} \times 100\%$$

Keterangan:

D = Daya adsorpsi (mg/g)

C<sub>o</sub> = konsentrasi ion logam Cu(II) dan Ni(II) mula-mula (ppm)

C<sub>1</sub> = konsentrasi ion logam Cu(II) dan Ni(II) setelah adsorpsi (ppm)

V = volume ion logam Cu(II) dan Ni(II) (L)

m = massa silika gel (g)

E<sub>p</sub> = efisiensi adsorpsi (%)

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **A. HASIL PENELITIAN**

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk membuat adsorben dari bahan dasar abu Kelud 2014 dengan asam asetat berbagai konsentrasi dan mengidentifikasi karakteristik adsorben hasil sintesis serta mengetahui daya adsorpsi dan efisiensi adsorpsi dari adsorben hasil sintesis terhadap ion logam Cu(II) dan Ni(II).

Produk yang dihasilkan dari penelitian ini berupa silika gel yang berwarna putih dan halus. Sebanyak 50 ml larutan natrium silikat yang bereaksi dengan asam asetat menghasilkan silika gel dengan jumlah yang berbeda. Data efisiensi produksi adsorben hasil sintesis dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Efisiensi Produksi Adsorben Hasil Sintesis Dengan Asam Asetat berbagai konsentrasi

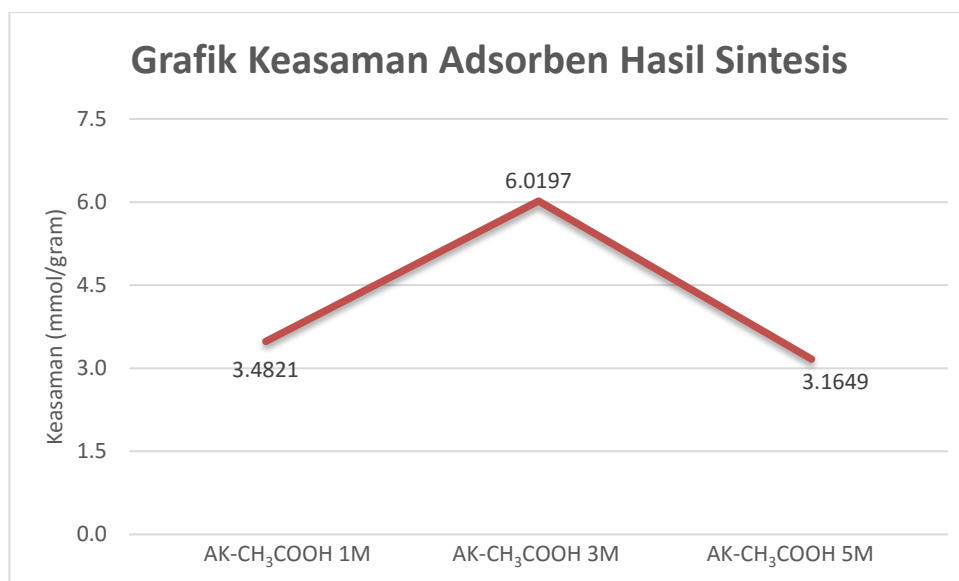
Konsentrasi CH <sub>3</sub> COOH	Berat silika gel yang dihasilkan (gram)	Efisiensi produksi (%)
1 M	0,158	7,90
3 M	0,191	9,55
5 M	0,189	9,45

Silika gel hasil sintesis yang diperoleh dikarakterisasi dan dibandingkan dengan silika gel pembanding yaitu Kiesel Gel 60G buatan E-Merck. Karakter yang dibandingkan meliputi keasaman, kadar air, spektra FTIR, XRD, dan daya adsorpsi serta efisiensi adsorpsi terhadap ion logam Cu(II) dan Ni(II). Berdasarkan hasil uji kadar air silika gel maka akan didapatkan rumus kimia

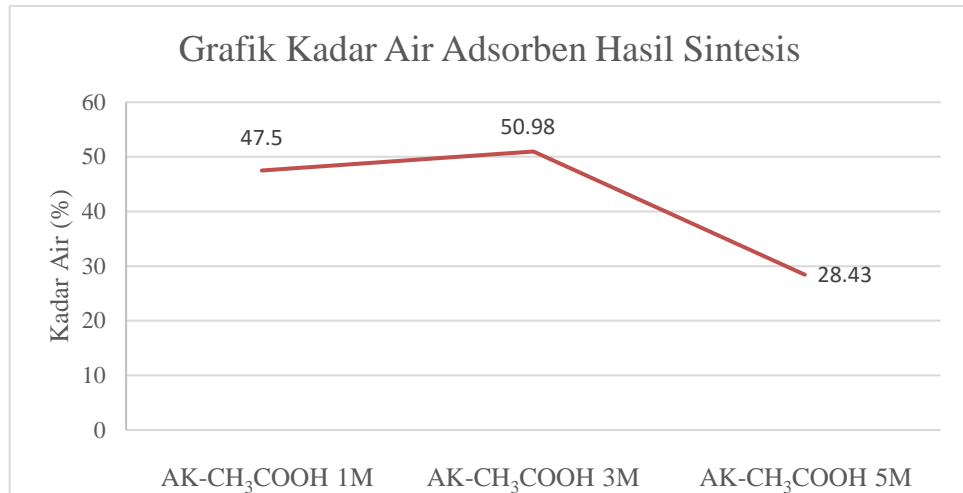
dari silika gel tersebut dan pembandingnya. Perhitungan keasaman dan kadar air dari silika gel hasil sintesis dan kiesel gel 60G dapat dilihat pada Lampiran 5 dan 7. Nilai keasaman, kadar air silika gel hasil sintesis dan pembanding (Kiesel Gel 60G E'Merck) ditunjukkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Nilai Keasaman, Kadar Air Silika Gel Hasil Sintesis dan Pembanding (Kiesel Gel 60G E'Merck)

No	Jenis Silika Gel	Keasaman (mmol/g)	Kadar Air (%)	Rumus Kimia
1.	AK-CH <sub>3</sub> COOH 1 M	3,482	47,5	SiO <sub>2</sub> .3,01H <sub>2</sub> O
2.	AK-CH <sub>3</sub> COOH 3 M	6,019	50,98	SiO <sub>2</sub> .3,46H <sub>2</sub> O
3.	AK-CH <sub>3</sub> COOH 5 M	3,164	28,43	SiO <sub>2</sub> .1,32H <sub>2</sub> O
4.	Kiesel Gel 60G	3,838	5	SiO <sub>2</sub> .0,17H <sub>2</sub> O

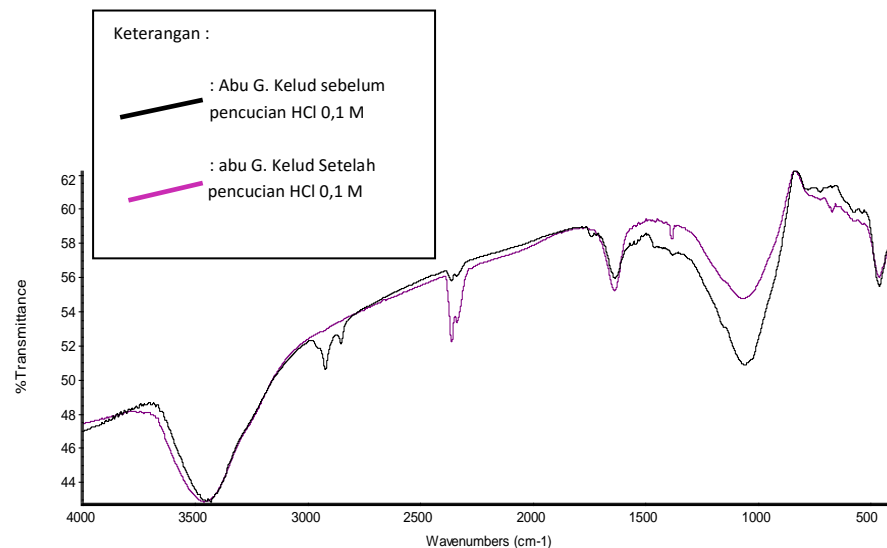


Gambar 8. Grafik Keasaman Adsorben Hasil Sintesis



Gambar 9. Grafik Kadar Air Adsorben Hasil Sintesis

Spektra FTIR dari abu kelud digunakan untuk mengetahui gugus fungsi adsorben hasil sintesis yang mana analisis ini dilakukan pada daerah bilangan 400-4000  $\text{cm}^{-1}$ . Spektra FTIR abu vulkanik Kelud sebelum dan sesudah pencucian dengan HCl 0,1M dapat dilihat pada Gambar 9.



Gambar 10. Spektra FTIR Abu Kelud Sebelum dan Sesudah Pencucian dengan HCl 0,1M

Hasil interpretasi spektra FTIR tersebut ditunjukkan oleh Tabel 5.

Tabel 5. Interpretasi Spektra FTIR Abu Kelud Sebelum dan Sesudah Pencucian

No	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )		Jenis Vibrasi
	Abu Kelud sebelum dicuci	Abu Kelud sesudah dicuci	
1.	3460,83	3430,96	Regangan -OH (Si-OH)
2.	1639,19	1635,64	Bengkokan -OH (Si-OH)
3.	1071,45	1057,66	Regangan asimetri Si-O (Si-O-Si)
4.	462,44	461,37	Bengkokan Si-O-Si

Efisiensi adsorpsi dan daya adsorpsi adsorben hasil sintesis dengan variasi konsentrasi asam asetat terhadap ion logam Cu(II) ditunjukkan dalam Tabel 6.

Tabel 6. Efisiensi Adsorpsi dan Daya Adsorpsi Adsorben Hasil Sintesis terhadap Ion Logam Cu(II)

Jenis Adsorben	Berat Adsorben (g)	Cu Awal (ppm)	Cu Sisa (ppm)	Cu Teradsorp (ppm)	D (mg/g)	Efisiensi Adsorpsi (%)
KG-60G E-Merck	0,1	10,9322	0,5424	10,3898	1,0389	95,0385
	0,1	10,9322	0,5412	10,391	1,0391	95,0494
AK CH <sub>3</sub> COOH 1 M	0,1	10,9322	0,6876	10,2446	1,0244	93,7103
	0,1	10,9322	0,6884	10,2438	1,0243	93,7030
AK CH <sub>3</sub> COOH 3 M	0,1	10,9322	0,1564	10,7758	1,0775	98,5693
	0,1	10,9322	0,1560	10,7762	1,0776	98,5730
AK CH <sub>3</sub> COOH 5 M	0,1	10,9322	4,1910	6,7412	0,6741	61,6637
	0,1	10,9322	4,1930	6,7392	0,6739	61,6454

Efisiensi adsorpsi dan daya adsorpsi adsorben hasil sintesis dengan variasi konsentrasi asam asetat terhadap ion logam Ni(II) ditunjukkan dalam Tabel 7.

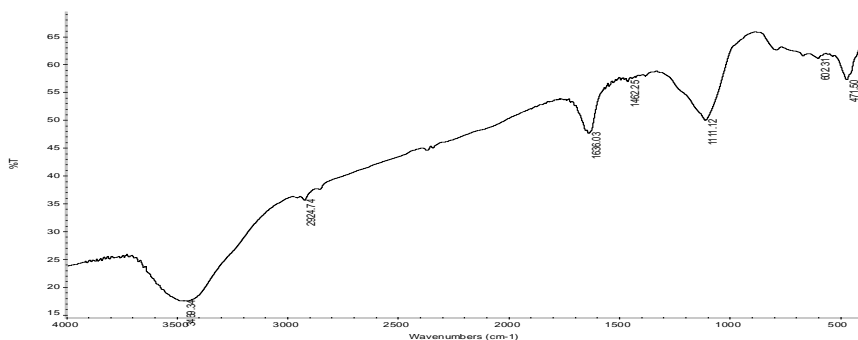
Tabel 7. Efisiensi Adsorpsi dan Daya Adsorpsi Adsorben Hasil Sintesis terhadap Ion Logam Ni(II)

Jenis Adsorben	Berat Adsorben (g)	[Ni] Awal (ppm)	[Ni] Sisa (ppm)	Ni Terabsorp (ppm)	D (mg/g)	Efisiensi Adsorpsi (%)
KG-60G E-Merck	0,1	8,63	10,212	-1,582	-0,1582	-18,3314
	0,1	8,63	10,219	-1,589	-0,1589	-18,4125
AK CH <sub>3</sub> COOH 1 M	0,1	8,63	0,2704	8,3596	0,83596	96,86674
	0,1	8,63	0,2701	8,3599	0,83599	96,87022
AK CH <sub>3</sub> COOH 3 M	0,1	8,63	0,1410	8,4890	0,84890	98,36616
	0,1	8,63	0,1408	8,4892	0,84892	98,36848
AK CH <sub>3</sub> COOH 5 M	0,1	8,63	0,3462	8,2838	0,82838	95,98841
	0,1	8,63	0,3465	8,2835	0,82835	95,98494

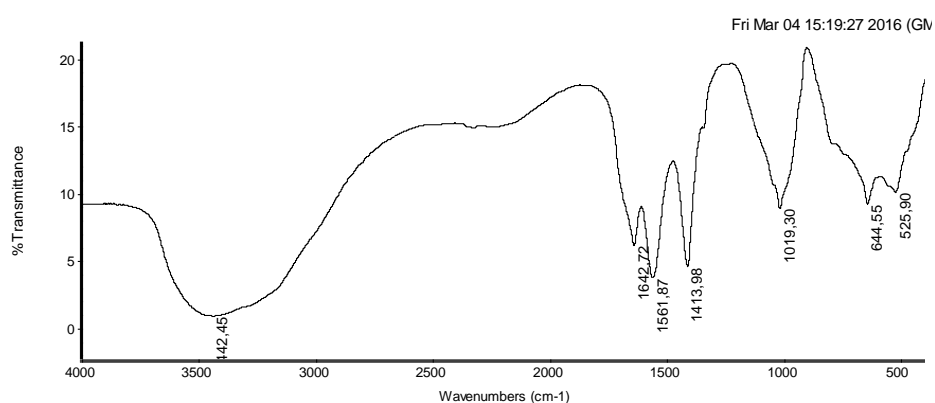
Berdasarkan Tabel 5 dan Tabel 6 dapat dilihat bahwa efisiensi adsorpsi dan daya adsorpsi adsorben hasil sintesis yang paling optimum untuk adsorpsi ion logam Cu(II) dan Ni(II) adalah adsorben yang disintesis dengan asam asetat 3M.

Jenis adsorben AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M merupakan adsorben hasil sintesis dengan asam asetat 3M yang efisiensi adsorpsinya paling optimum kemudian dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus fungsional adsorbennya dan dengan XRD untuk mengetahui struktur kristal adsorben hasil sintesis. Spektra IR silika gel Kiesel E-Merck (Handini, 2015: 47) dan adsorben hasil sintesis AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M ditunjukkan oleh Gambar 10 dan Gambar 11.





Gambar 11. Spektra FTIR Silika Kiesel Gel 60G buatan E-Merck



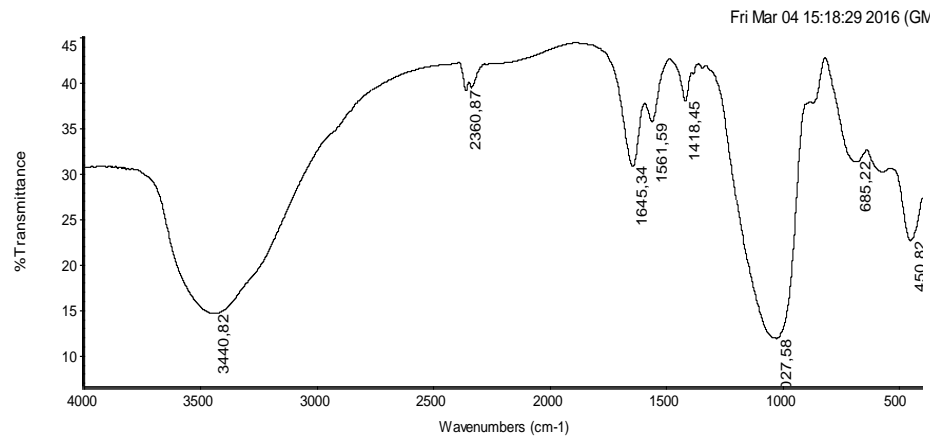
Gambar 12. Spektra FTIR Adsorben AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M

Interpretasi spektra FTIR silika Kiesel Gel 60G buatan E-Merck dan adsorben hasil sintesis AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M dapat dilihat pada Tabel 8.

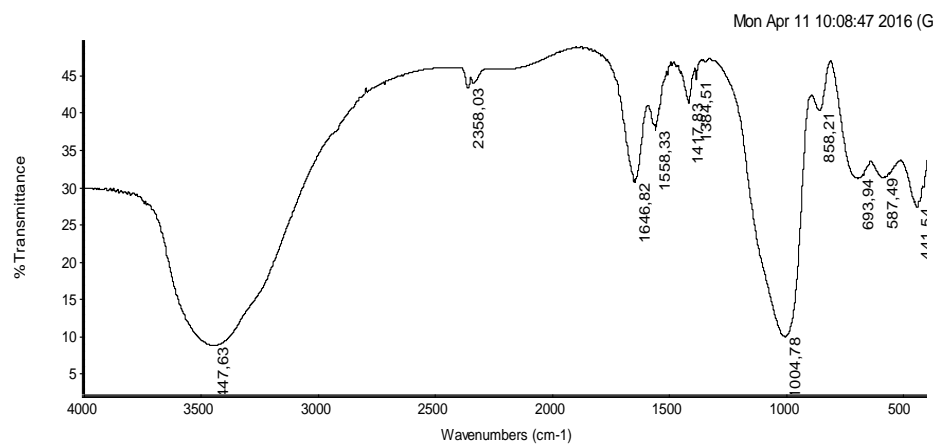
Tabel 8. Interpretasi Spektra FTIR Silika Kiesel Gel 60G buatan E-Merck dan Adsorben Hasil Sintesis AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M.

No	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )		Jenis Vibrasi
	Kiesel Gel 60G buatan E-Merck	AK CH <sub>3</sub> COOH 3M	
1.	3462,29	3442,45	Regangan -OH (Si-OH)
2.	1636,79	1642,72	Bengkokan -OH (Si-OH)
3.	1110,63	1019,30	Regangan asimetri Si-O (Si-O-Si)
4.	670,01	644,55	Regangan asimetri Si-O-Si
5.	470,58	525,90	Bengkokan Si-O-Si

Spektra FTIR dari adsorben AK  $\text{CH}_3\text{COOH}$  3M sesudah adsorpsi dengan ion logam  $\text{Cu(II)}$  dan ion logam  $\text{Ni(II)}$  dapat dilihat pada Gambar 12 dan Gambar 13.



Gambar 13. Spektra FTIR AK- $\text{CH}_3\text{COOH}$  3M Setelah Adsorpsi Ion Logam  $\text{Cu(II)}$



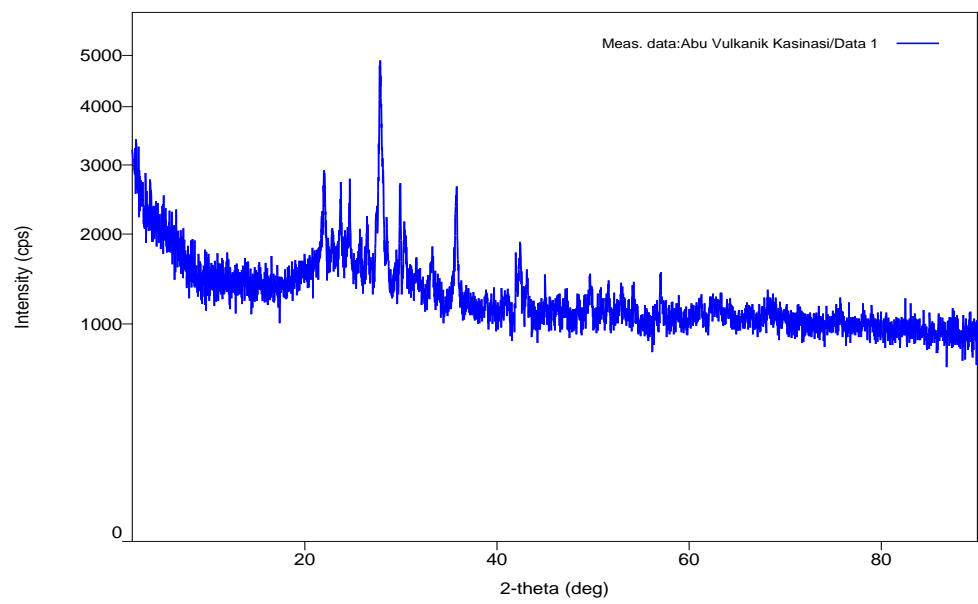
Gambar 14. Spektra FTIR AK- $\text{CH}_3\text{COOH}$  3M Setelah Adsorpsi Ion Logam  $\text{Ni(II)}$

Interpretasi spektra FTIR adsorben hasil sintesis AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M adsorpsi ion logam Cu(II) dan ion logam Ni(II) dapat dilihat pada Tabel 9.

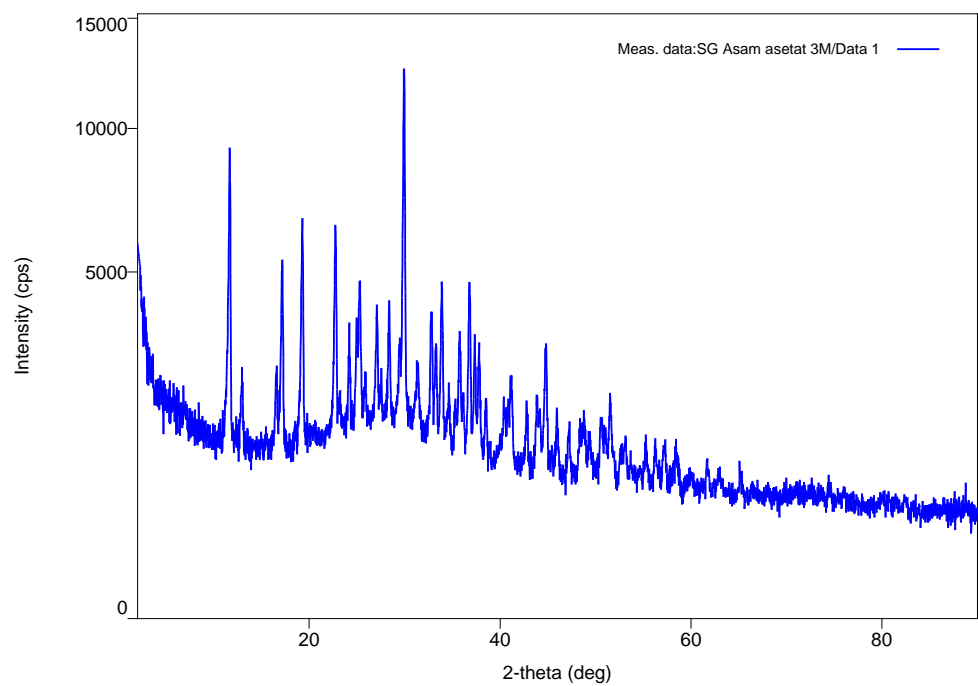
Tabel 9. Interpretasi Spektra FTIR Adsorben Hasil Sintesis AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M Setelah Adsorpsi Ion Logam Cu(II) dan Ion Logam Ni(II)

No	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )		Jenis Vibrasi
	AK-CH <sub>3</sub> COOH 3M Ads Cu(II)	AK-CH <sub>3</sub> COOH 3M Ads Ni(II)	
1.	3440,82	3447,63	Regangan -OH (Si-OH)
2.	1645,34	1646,82	Bengkokan -OH (Si-OH)
3.	1027,58	1004,78	Regangan asimetri Si-O (Si-O-Si)
4.	685,22	693,94	Regangan asimetri Si-O-Si
5.	450,82	441,54	Bengkokan Si-O-Si

Adsorben hasil sintesis AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M kemudian dianalisis menggunakan XRD. Difraktogram hasil analisis dengan XRD abu vulkanik Kelud sesudah kalsinasi dan adsorben hasil sintesis dengan asam asetat 3M ditunjukkan pada Gambar 15.



Gambar 15. Difraktogram Abu Vulkanik Kelud Sesudah Kalsinasi



Gambar 16. Difraktogram Adsorben Hasil Sintesis dengan Asam Asetat 3M

Hasil difraktogram pada abu Kelud 2014 sesudah kalsinasi menunjukkan bahwa struktur dari silika gel adalah amorf namun masih banyak pengotoranya. Pada difraktogram muncul puncak tajam pada  $2\theta$ : 29,924; hal ini menunjukkan abu Kelud 2014 mengandung senyawa  $\text{SiO}_2$  (JCPDS, kode 83-1833). Sedangkan difraktogram adsorben hasil sintesis dengan asam asetat 3M dibandingkan dengan JCPDS  $\text{SiO}_2$  83-1833 dapat dilihat pada Tabel 10.

Tabel 10. Interpretasi Adsorben Difraktogram Hasil Sintesis dengan Asam Asetat 3M dibandingkan dengan JCPDS 83-1833

Difraktogram AK-CH <sub>3</sub> COOH 3M	JCPDS 83-1833
$2\theta$	$2\theta$
16,548	16,425
25,328	26,078
27,110	26,571
29,460	29,718
32,783	32,732
33,280	33,201
33,889	33,804
38,510	39,113
40,430	40,227
41,100	41,488
42,782	42,361
44,820	44,849
45,902	45,882
50,530	50,750
51,556	51,363
55,260	55,959
56,200	56,444
57,160	57,141
58,390	58,692
61,690	61,036

Berdasarkan hasil interpretasi Tabel 10 struktur adsorben hasil sintesis dengan asam asetat 3M mirip dengan nilai  $2\theta$  JCPDS  $\text{SiO}_2$  83-1833.

## **B. PEMBAHASAN**

### **1. Preparasi Abu Vulkanik Kelud 2014**

Proses pengabuan dilakukan pada suhu  $700^{\circ}\text{C}$  terhadap abu vulkanik yang telah lolos ayak 200 mesh selama 4 jam. Proses ini menghasilkan tekstur abu vulkanik menjadi berwarna merah bata. Tujuan proses pengabuan ini adalah untuk menghilangkan semua material organik dalam abu vulkanik. Pengabuan pada suhu  $700^{\circ}\text{C}$  bertujuan untuk menghasilkan abu bertekstur amorf. Menurut Hermania dkk (2011: 88) pengabuan pada suhu  $700^{\circ}\text{C}$  akan menghasilkan struktur abu dengan struktur silika yang amorf sedangkan pada suhu  $800^{\circ}\text{C}$  dan  $900^{\circ}\text{C}$  akan menghasilkan abu dengan struktur silika kristalin.

Abu hasil kalsinasi dihaluskan menggunakan mortar selanjutnya yang lolos ayakan ukuran 200 mesh dicuci dengan larutan HCl 0,1 M dengan cara memasukkan abu hasil kalsinasi halus sebanyak 25 gram kedalam 150 mL larutan HCl 0,1 M melalui pengadukan selama 1 jam dan didiamkan selama 24 jam. Pencucian ini bertujuan untuk mengurangi kandungan oksida dan senyawa karbon yang ada di dalam abu vulkanik Kelud sehingga dihasilkan abu dengan kandungan silika yang lebih tinggi. Pada proses pencucian ini digunakan larutan asam klorida karena asam klorida dapat dihilangkan dengan mudah dan tidak merusak alat yang digunakan serta dapat mengurangi pengotor yang berupa oksida logam seperti  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  dan  $\text{P}_2\text{O}_5$  yang terkandung dalam abu vulkanik (Paturau dalam Setyawan 2006: 4).

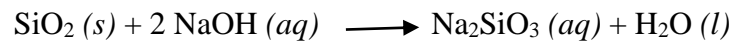
## **2. Karakterisasi Spektra FTIR Abu Vulkanik Kelud Sebelum dan Sesudah Pencucian**

Proses karakterisasi menggunakan metode spektroskopi FTIR dalam penelitian ini bertujuan untuk mengetahui gugus-gugus fungsional yang terdapat dalam abu vulkanik Kelud serta mengetahui pergeseran daerah hasil serapan. Hasil interpretasi spektra FTIR abu vulkanik sebelum dan sesudah pencucian yang ditunjukkan pada Tabel 5 menunjukkan adanya vibrasi gugus regangan -OH pada Si-OH, bengkokan -OH pada Si-OH, regangan asimetri Si-O pada Si-O-Si dan bengkokan Si-O pada Si-O-Si, yang masing-masing terdapat pada bilangan gelombang 3460,83; 1639,19; 1071,45 dan 462,44  $\text{cm}^{-1}$  sedangkan pada spektra FTIR abu vulkanik sesudah pencucian terdapat pada bilangan gelombang secara berturut-turut 3430,96; 1635,64; 1057,66 dan 461,37  $\text{cm}^{-1}$ .

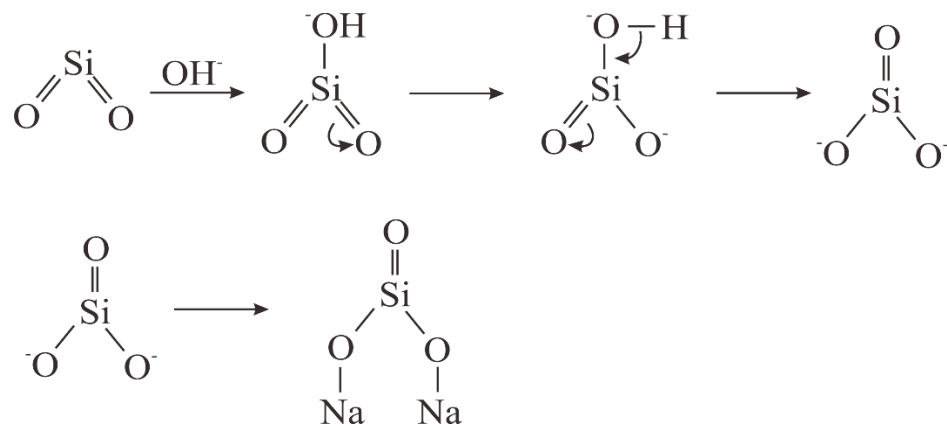
## **3. Sintesis Adsorben**

Proses sintesis adsorben dari abu vulkanik melalui beberapa tahap yaitu pembentukan natrium silikat, pengasaman natrium silikat, pembentukan hidrogel, dan pengeringan hidrogel menjadi serogel. Natrium silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) merupakan hasil reaksi antara abu vulkanik dengan bahan pereaksi NaOH. Proses pendidihan dilakukan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  hingga mendidih sehingga volume natrium silikat yang dihasilkan lebih sedikit apabila dibandingkan dengan volume NaOH yang direaksikan, dari 200 mL larutan NaOH yang direaksikan menghasilkan natrium silikat sebanyak 150 mL. Proses

pencampuran ini diharapkan dapat mengubah komponen silika menjadi garam natrium (natrium silikat) sesuai dengan reaksi:



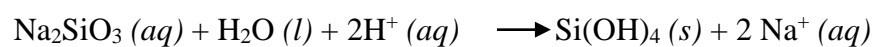
Pendidihan menggunakan alat teflon yang tidak berbahan silika agar tidak mempengaruhi kadar silika abu vulkanik yang larut dalam NaOH 3M. Hasil pendidihan menyebabkan NaOH terdisosiasi sempurna membentuk ion  $\text{Na}^+$  dan  $\text{OH}^-$ . Elektronegatifitas atom O yang tinggi pada  $\text{SiO}_2$  menyebabkan Si lebih elektropositif dan terbentuk intermediet  $[\text{SiO}_2\text{OH}]^-$  yang tidak stabil dan akan terjadi dehidrogenasi. Ion  $\text{OH}^-$  yang kedua akan berikatan dengan hidrogen membentuk molekul air dan ion  $\text{Na}^+$  akan berikatan dengan  $\text{SiO}_3^{2-}$  sehingga membentuk natrium silikat (Mujiyanti, 2010).



Gambar 17. Mekanisme Reaksi Pembentukan Natrium Silikat

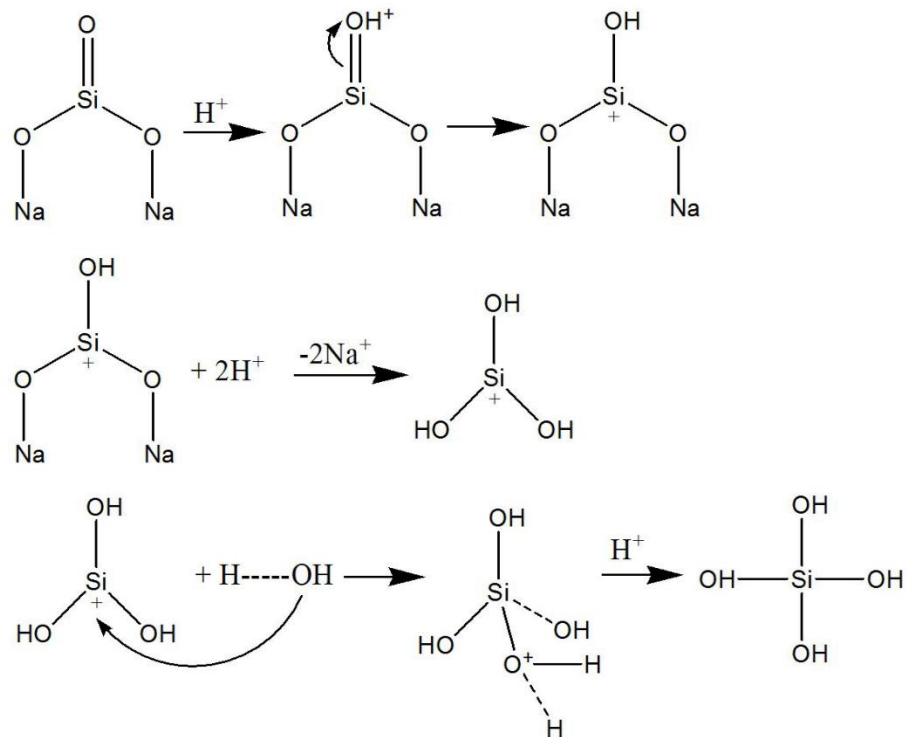
Tahap selanjutnya adalah pembuatan silika gel melalui penambahan larutan asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) 3M ke dalam natrium silikat yang bertujuan untuk membentuk asam silikat.

Reaksi kimia yang terjadi dalam proses ini adalah:





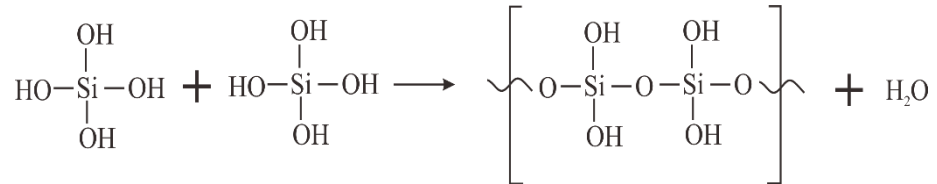
Pembentukan asam silikat terjadi karena adanya penambahan asam dimana atom oksigen dari gugus Si-O akan menyerang  $H^+$  dari larutan asam asetat ( $CH_3COOH$ ) 3M. Adapun mekanisme reaksi pada pembentukan asam silikat dapat dilihat pada Gambar 18 (Agus Prastiyanto, 2006: 6).



Gambar 18. Mekanisme Reaksi Pembentukan Asam Silikat

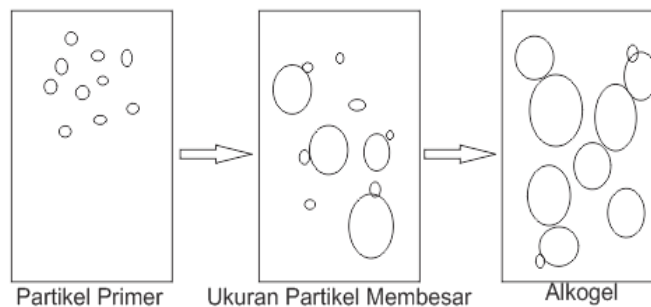
Penambahan asam yang berlebihan menyebabkan atom oksigen dari asam silikat menyerang ion hidrogen dari larutan asam tersebut sehingga asam silikat yang terbentuk mudah mengalami polimerisasi. Setelah itu akan membentuk poli asam silikat melalui polimerisasi kondensasi membentuk dimer, trimer, dan seterusnya hingga polimer asam silikat. Polimerisasi yang berlangsung terus menerus ini membentuk bola-bola polimer yang disebut *primary silica particle* hingga pada suatu ukuran tertentu, gugus silanol ( $Si-$

OH) pada permukaan bola-bola polimer yang berdekatan akan mengalami kondensasi disertai pelepasan air sampai terbentuk gel. Menurut Fessenden (1986: 185) mengusulkan mekanisme reaksi seperti pada Gambar 19.



Gambar 19. Mekanisme Reaksi Polimerisasi Kondensasi Asam Silikat

Proses pembentukan gel dipengaruhi oleh tingkat keasaman larutan natrium silikat. Pada saat larutan natrium silikat keadaan basa dalam bentuk  $\text{SiO}^-$  proses kondensasi tidak dapat berlangsung dan setelah penambahan larutan asam yang berlebihan akan menyebabkan berkurangnya gugus  $\text{SiO}^-$  dan bertambah gugus  $\text{Si-OH}$ . Gel yang terbentuk dengan tekstur lunak dan tidak kaku disebut alkogel. Mekanisme reaksi pembentukan alkogel dapat dilihat pada Gambar 20.



Gambar 20. Proses Pembentukan Alkogel

Alkogel yang terbentuk selanjutnya didiamkan selama 24 jam. Pada tahap ini, kondensasi antara bola-bola polimer terus berlangsung dan akan mengalami penyusutan volume alkogel yang diakibatkan oleh kondensasi

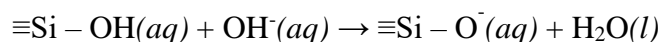
lanjut diikuti dengan berlangsungnya eliminasi larutan garam. Tahap tersebut dikenal dengan tahap sinerisis. Tahap sinerisis menghasilkan hidrogel yang sifatnya hampir kaku dan kokoh. Hidrogel yang dihasilkan dicuci dengan akuademineralisata sampai pH sisa pencucian bersifat netral untuk melarutkan garam-garam natrium sisa dan proses sinerisis yang tidak sempurna.

Tahap akhir yaitu proses pengeringan hidrogel menjadi serogel. Hidrogel yang terbentuk dikeringkan menggunakan oven pada suhu 120°C selama kurang lebih 2 jam. Pengeringan dilakukan untuk mengurangi kandungan air dalam pori-pori hidrogel. Pengeringan menghasilkan padatan yang berwarna putih yang disebut serogel. Serogel yang dihasilkan digerus menggunakan mortar dan diayak menggunakan ayakan ukuran 200 *mesh* untuk menyamakan ukuran dan luas permukaan serogel. Semakin kecil ukuran partikel maka luas permukaannya akan semakin besar. Luas permukaan yang besar menyebabkan kemampuan menyerap adsorbatnya semakin tinggi.

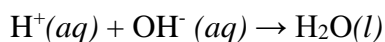
Efisiensi produksi adsorben yang dihasilkan dengan variasi konsentrasi asam asetat dapat dilihat pada Lampiran 1. Efisiensi produksi adsorben yang dihasilkan dengan asam asetat 1 M, 3 M, dan 5 M secara berturut-turut adalah 7,90%; 9,55%; dan 9,45%. Efisiensi produksi dengan asam asetat 3 M lebih besar daripada 1 M dan 5 M. Hal ini disebabkan oleh semakin tinggi konsentrasi asam maka semakin besar ion  $H^+$  dari asam yang menyebabkan asam silikat yang terbentuk juga semakin banyak.

#### 4. Keasaman Adsorben Silika Gel

Pengujian keasaman dari adsorben adalah untuk mengetahui kemampuan adsorben dalam mendonorkan proton serta pengaruhnya terhadap kemampuan adsorpsi dari adsorben hasil sintesis dan menggunakan Kiesel Gel 60G buatan E-Merck sebagai pembanding. Pengujian dilakukan dengan metode volumetri. Sebanyak 0,05 gram silika gel hasil sintesis dan silika pembanding masing-masing direndam dalam larutan NaOH 0,1 M yang telah distandarisasi sebanyak 7,5 mL selama 24 jam agar terjadi interaksi antara gugus Si-OH dengan OH<sup>-</sup>, hasil perhitungan standarisasi dapat dilihat pada Lampiran 3. Reaksi yang terjadi saat perendaman adalah:



Tahap selanjutnya adalah memisahkan campuran larutan NaOH dengan silika gel hasil sintesis sehingga menghasilkan larutan NaOH sisa. Larutan sisa kemudian dititrasi dengan larutan HCl 0,1 M yang telah distandarisasi, hasil perhitungan standarisasi HCl dapat dilihat pada Lampiran 3. Pada tahap ini terjadi reaksi penetralan H<sup>+</sup> dari larutan HCl yang terbentuk oleh ion HO<sup>-</sup> yang berasal dari larutan NaOH sisa perendaman, reaksi yang terjadi adalah:



Keasaman silika gel diperoleh dari selisih mmol NaOH awal dengan mmol NaOH setelah perendaman dengan silika gel hasil sintesis selama 24 jam. Tingkat keasaman silika gel dibandingkan dengan Kiesel Gel 60G buatan E-Merck bisa dilihat pada Tabel 4. Berdasarkan Tabel 4 tersebut dapat dilihat nilai keasaman silika gel hasil sintesis AK-CH<sub>3</sub>COOH 1M, AK-CH<sub>3</sub>COOH

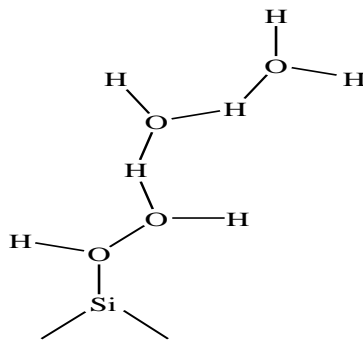
3M, AK-CH<sub>3</sub>COOH 5M, dan Kiesel Gel 60G secara berturut-turut adalah 3,482; 6,019; 3,164; dan 3,838 mmol/gram. Ketiga jenis adsorben hasil sintesis memiliki nilai keasaman yang berbeda, pada jenis adsorben AK-CH<sub>3</sub>COOH 1 M dan AK-CH<sub>3</sub>COOH 5 M memiliki nilai keasaman yang hampir sama dengan nilai keasaman Kiesel Gel 60G, namun pada AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M memiliki nilai keasaman yang lebih tinggi dari nilai Kiesel Gel 60G yaitu 6,019 mmol/gram. Hal tersebut hampir sama dengan penelitian yang dilakukan oleh Meitami Wardani (2011) yaitu nilai keasaman silika gel hasil sintesis dengan asam asetat 3M adalah 6,835 mmol/gram. Semakin tinggi nilai keasaman maka semakin banyak jumlah gugus silanol (Si-OH) yang telah dimiliki oleh silika gel sehingga kemampuan untuk mendonorkan proton semakin besar. Data selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 4 dan 5.

## **5. Kadar Air Adsorben**

Kadar air adsorben dalam penelitian ini didefinisikan sebagai banyaknya air yang dilepas oleh silika gel kering akibat pemanasan suhu 600°C per gram silika gel selama 2 jam. Menurut Nuryono dan Narsito (2005: 28) kapasitas air didefinisikan sebagai kemampuan maksimal silika dalam mengadsorpsi air dari uap jenuh. Penentuan kapasitas adsorpsi air dilakukan dengan cara pemanasan pada temperatur 100°C selama 2 jam terhadap silika gel yang telah dijenuhkan dengan uap air. Kapasitas air merupakan selisih berat sebelum dan setelah pemanasan dihitung per 1 gram silika gel kering.

Pengujian pada tahap ini dilakukan dengan cara menimbang 0,05 gram silika gel hasil sintesis dan Kiesel Gel 60G buatan E-Merck sebagai

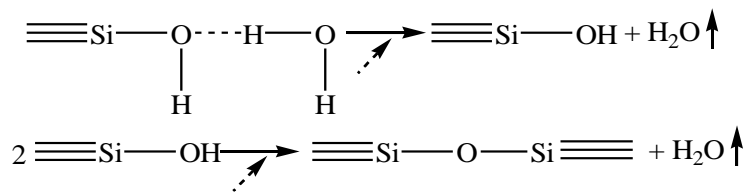
pembandingan kemudian dikeringkan terlebih dahulu dengan oven pada suhu  $100^{\circ}\text{C}$  selama 4 jam, dan ditimbang setelah didinginkan di dalam desikator. Pada pemanasan ini terjadi pelepasan air yang terikat secara lemah pada permukaan silika gel yang disebut sebagai air yang terikat secara fisik. Silika gel yang telah kering dan ditimbang kemudian di pijarkan pada *muffle furnace* dengan temperature  $600^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam. Menurut Nuryono dan Narsito (2005: 28) pemanasan pada temperatur  $120^{\circ}\text{C}$  sampai  $700^{\circ}\text{C}$  terjadi penurunan berat 2 kali, yaitu pada temperatur  $120 - 580^{\circ}\text{C}$  dan  $580 - 700^{\circ}\text{C}$ . Hal itu dapat dijelaskan melalui teori yang menyebutkan bahwa dalam silika gel terdapat tiga lapisan molekul air yang dapat dilihat pada Gambar 21.



Gambar 21. Lapisan Molekul Air dalam Silika Gel

(Sumber: Nuryono dan Narsito, 2005: 28)

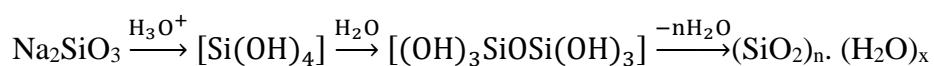
Penurunan berat pada temperatur  $120^{\circ}\text{C} - 580^{\circ}\text{C}$  terjadi akibat proses pemutusan ikatan hidrogen pada lapisan pertama, sedangkan pada temperatur di atas  $580^{\circ}\text{C}$  berlangsung kondensasi gugus silanol dan siloksan. Reaksi pelepasan air dapat dilihat pada Gambar 22.



Gambar 22. Reaksi Pelepasan Air

(Sumber: Nuryono dan Narsito, 2005: 28)

Kadar air silika gel hasil sintesis dapat dilihat pada Tabel 4 yang menunjukkan bahwa nilai kadar air AK-CH<sub>3</sub>COOH 1 M, AK-CH<sub>3</sub>COOH 3 M, AK-CH<sub>3</sub>COOH 5 M, dan Kiesel Gel 60G secara berturut-turut adalah 47,5; 50,98; 28,43; dan 5 %. Berdasarkan data tersebut nilai kadar air silika gel hasil sintesis tidak signifikan bergantung pada konsentrasi asam yang digunakan tetapi signifikan pada keasaman yang menunjukkan jumlah gugus silanol dalam silika gel. Besarnya nilai kadar air berbanding lurus dengan banyaknya gugus silanol dalam silika gel. Semakin banyak gugus silanolnya maka kemampuan mengikat molekul air melalui ikatan hidrogen juga semakin banyak. Penentuan rumus kimia silika gel hasil sintesis dapat dilihat dari nilai kadar air yang dihasilkan dengan asumsi bahwa hanya terdiri dari SiO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O. Menurut Rouessac dan Raouessac (2000: 52) mekanisme reaksi hasil pembentukan silika gel adalah sebagai berikut:



Hasil penelitian menunjukkan silika gel dengan konsentrasi asam asetat 3M memiliki kadar air yang paling optimum sehingga dimungkinkan pada proses adsorpsi silika gel dengan konsentrasi asam asetat 3M mempunyai daya adsorpsi yang optimum. Berdasarkan Tabel 4 rumus molekul silika gel hasil

sintesis AK-CH<sub>3</sub>COOH 1M, AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M, AK-CH<sub>3</sub>COOH 5M, dan Kiesel Gel 60G berturut-turut adalah SiO<sub>2</sub>.3,01H<sub>2</sub>O; SiO<sub>2</sub>.3,46H<sub>2</sub>O; SiO<sub>2</sub>.1,32H<sub>2</sub>O; SiO<sub>2</sub>.0,17H<sub>2</sub>O.

## **6. Adsorpsi Ion Logam**

Daya adsorpsi adsorben hasil sintesis dan Kiesel Gel 60G terhadap ion logam Cu(II) dan Ni(II) dapat diketahui melalui perubahan konsentrasi yang terjadi pada larutan ion logam Cu(II) dan Ni(II) mula-mula yaitu sebelum dicampurkan adsorben hasil sintesis dan Kiesel Gel 60G yang telah diketahui konsentrasinya dengan konsentrasi ion logam sesudah dicampur dengan adsorben. Berkurangnya konsentrasi ion logam sesudah dicampurkan dengan adsorben hasil sintesis dan Kiesel Gel 60G menunjukkan bahwa adsorben hasil sintesis dan Kiesel Gel 60G dapat mengadsorpsi ion logam tersebut.

Proses adsorpsi ion logam Cu(II) dan Ni(II) pada adsorben dilakukan dengan cara merendam 0,1 gram adsorben ke dalam 10 mL larutan ion logam Cu(II) dan Ni(II) 10 ppm. Adsorpsi dilakukan pada suhu kamar dengan proses pengadukan selama 90 menit. Menurut Oscik (1982) yang menyatakan bahwa kesetimbangan adsorpsi ion logam pada berbagai adsorpsi umumnya tercapai setelah kurang lebih satu menit kemudian diendapkan dengan alat sentrifuse selama 30 menit dengan kecepatan 2000 rpm yang bertujuan agar endapan dapat mengendap secara sempurna. Endapan yang dihasilkan dari masing-masing jenis adsorben kemudian dikeringkan dan dianalisis menggunakan alat SSA untuk mengetahui logam yang tidak teradsorpsi dengan Kiesel Gel 60G sebagai pembanding.



Berdasarkan data pada Tabel 6 dan 7 yang selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 12 terlihat bahwa efisiensi adsorpsi rata-rata terhadap ion logam Cu(II) untuk Kiesel Gel 60, AK-CH<sub>3</sub>COOH 1M, AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M, dan AK-CH<sub>3</sub>COOH 5M masing-masing adalah 95,0440; 93,7067; 98,5712; dan 61,6546%, sedangkan efisiensi adsorpsi rata-rata terhadap ion logam Ni(II) untuk Kiesel Gel 60, AK-CH<sub>3</sub>COOH 1M, AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M, dan AK-CH<sub>3</sub>COOH 5M masing-masing adalah -18,3720; 96,8685; 98,3673; dan 95,9867%. Berdasarkan data tersebut efisiensi adsorpsi optimum baik terhadap ion logam Cu(II) maupun Ni(II) adalah menggunakan asam asetat 3M. Data yang dihasilkan dari berbagai jenis adsorben hampir sama dengan Kiesel Gel 60G yang digunakan sebagai pembanding, namun untuk ion logam Ni(II) hasilnya kurang bagus yaitu bernilai minus, hal ini kemungkinan adanya kandungan nikel dalam Kiesel Gel tersebut sehingga menyebabkan terjadinya kenaikan kadar Ni(II) setelah adsorpsi. Hasil data efisiensi adsorpsi berbanding lurus dengan nilai kadar air yang mana sama bernilai optimum pada konsentrasi asam asetat 3M. Menurut Nuryono dan Narsito (2005: 29) kenaikan konsentrasi menyebabkan kapasitas adsorpsi naik. Kapasitas adsorpsi tergantung pada banyaknya gugus silanol yang terdapat pada permukaan.

Perbedaan daya adsorpsi pada ion logam Cu(II) dan Ni(II), berdasarkan konsep dan prinsip HSAB (*Hard Soft Acid Base*) bahwa asam keras lebih cepat bereaksi dengan basa keras sehingga membentuk interaksi ionic dan asam lunak bereaksi dengan basa lunak sehingga membentuk interaksi

kovalen. Silika gel merupakan basa keras dengan gugus aktif pada silanol dan siloksan sehingga silika gel akan berinteraksi cukup kuat dengan asam keras. Sedangkan ion logam Cu(II) dan Ni(II) keduanya merupakan asam madya atau asam yang memiliki sifat diantara asam keras dan asam lunak dengan karakter yang dimiliki ukuran atom sedang, dan bermuatan sedang sehingga daya adsorpsi pada silika gel dengan ion logam lebih besar. Klasifikasi asam dan basa beberapa senyawa dan ion menurut prinsip HSAB dari Pearson dapat dilihat pada Tabel 11.

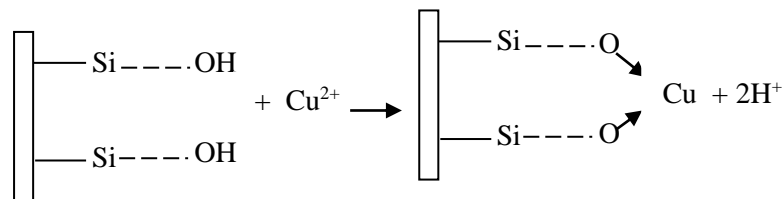
Tabel 11. Klasifikasi asan dan Basa Beberapa Senyawa dan Ion Logam Menurut Prinsip HSAB dari Pearson

Kelas	Asam	Basa
Keras	$H^+$ , $Li^+$ , $Na^+$ , $K^+$ , $Be^{2+}$ , $Mg^{2+}$ , $Ca^{2+}$ , $Sr^{2+}$ , $Ti^{4+}$ , $Cr^{3+}$ , $Cr^{6+}$ , $Mn^{2+}$ , $Mn^{7+}$ , $Fe^{3+}$ , $Co^{3+}$ , $BF_3$ , $BCl_3$ , $AlCl_3$ , $AlH_3$ , $CO_2$ , $Si^{4+}$ , $HX$ (molekul ikatan hidrogen)	$H_2O$ , $NH_3$ , $N_2H_4$ , $F^-$ , $Cl^-$ , $OH^-$ , $ROH$ , $R_2O$ , $NO_3^-$ , $ClO_4^-$ , $CHCOO^-$ , $O^{2-}$ , $CO_3^{2-}$ , $SO_4^{2-}$ , $PO_4^{2-}$
Daerah batas (madya)	$Fe^{2+}$ , $Co^{2+}$ , $Ni^{2+}$ , $Cu^{2+}$ , $Zn^{2+}$ , $Sn^{2+}$ , $Pb^{2+}$ , $C_6H_5$ , $NO^+$ , $Sb^{3+}$ , $Bi^{3+}$ , $SO_2$	$C_6H_5NH_2$ , $N_3^-$ , $N_2$ , $NO_2^-$ , $Br^-$ , $SO_3^-$
Lunak	$Cu^+$ , $Ag^+$ , $Au^+$ , $CH_3Hg^+$ , $Hg_2^{2+}$ , $Hg^{2+}$ , $Cd^{2+}$ , $Pd^{2+}$ , $Pt^{2+}$ , $Pt^{4+}$ , $Br_2$ , $Br^+$ , $I_2$ , $I^+$ , $O$ , $Cl$ , $Br$ , $I$ , $N$ , Atom-Atom logam	$H^-$ , $C_2H_4$ , $C_6H_6$ , $CO$ , $SCN^-$ , $CN^-$ , $I^-$ , $S^{2-}$ , $S_2O_3^{2-}$

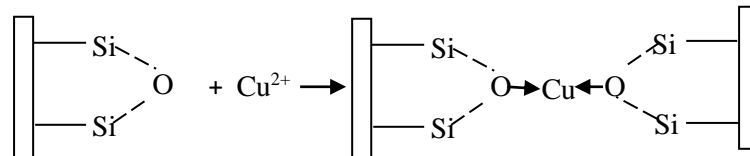
Proses yang terjadi pada pengikatan ion logam Cu(II) dan Ni(II) melibatkan gugus silanol dan siloksan yang merupakan interaksi ionik tetapi juga mengalami interaksi kovalen. Hal ini mendukung asumsi aturan Pearson bahwa interaksi Ni(II) dengan padatan adalah interaksi kimia, yaitu interaksi asam-basa. Interaksi kimia terjadi karena terbentuknya ikatan antara situs aktif

yaitu gugus silanol dan siloksan dari adsorben dengan zat yang teradsorp. Ikatan antara ion logam Cu(II) dan Ni(II) dengan gugus aktif pada silika gel melalui pembentukan ikatan koordinasi, pasangan elektron bebas dari O pada Si-OH akan menempati orbital kosong yang dimiliki oleh ion Cu(II) dan Ni(II) sehingga terbentuk kompleks koordinasi. Berikut reaksi pengikatan ion logam Cu(II) dan Ni(II) pada gugus silanol dan siloksan (Hermania Em Wogo, dkk, 2011: 88):

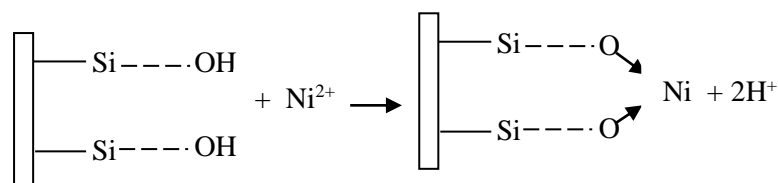
a. Reaksi pengikatan ion logam Cu(II) pada gugus silanol



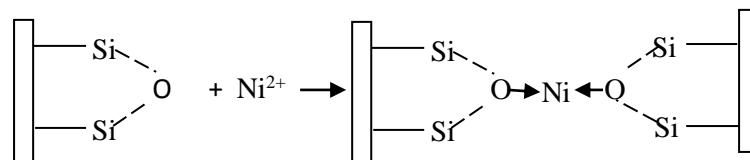
b. Reaksi pengikatan ion logam Cu(II) pada gugus siloksan



c. Reaksi pengikatan ion logam Ni(II) pada gugus silanol



d. Reaksi pengikatan ion logam Ni(II) pada gugus siloksan



Gambar 23. Reaksi Pengikatan Ion Logam Cu(II) dan Ni(II) pada Gugus Silanol dan Siloksan

Kekuatan pembentukan kompleks antara ion logam dengan ligan antara lain bergantung pada kemampuan mempolarisasi dari ion logam tersebut yang dipengaruhi oleh perbandingan antara muatan dengan jari-jari ionnya, ion berukuran kecil tetapi muatannya tinggi akan memiliki kekuatan ikatan yang lebih besar daripada antara ion berukuran besar bermuatan rendah.

## **7. Spektra FTIR Silika Gel Sebelum dan Sesudah Adsorpsi**

Adsorben dengan daya dan efisiensi adsorpsi yang optimum dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus-gugus fungsional pada silika gel sebelum dan sesudah adsorpsi. Pada spektra FTIR adsorben AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M sebelum adsorpsi terlihat adanya pita melebar pada gelombang 3442,45 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan vibrasi regangan OH dari Si-OH. Adanya gugus OH dipertegas dengan pita pada bilangan gelombang 1642,72 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya bengkokan pada gugus OH dari Si-OH. Regangan asimetri Si-O (Si-O-Si) ditunjukkan pada pita pada bilangan gelombang 1019,30 cm<sup>-1</sup>. Sedangkan regangan asimetri dan bengkokan Si-O-Si secara berurutan terletak pada bilangan gelombang 644,55 dan 525,90 cm<sup>-1</sup>. Menurut Handini (2015: 47) spektra FTIR Kiesel Gel 60G buatan E-Merck yang digunakan sebagai pembanding menunjukkan adanya vibrasi regangan OH (Si-OH), bengkokan OH (Si-OH), regangan asimetri Si-O (Si-O-Si), regangan asimetri Si-O-Si dan bengkokan Si-O-Si secara berturut-turut terdapat pada bilangan gelombang 3462,29; 1636,79; 1110,63; 670,01; dan 470,58 cm<sup>-1</sup>.

Spektra FTIR AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M sesudah mengalami adsorpsi dengan ion logam Cu(II) dan Ni(II) terjadi pergeseran bilangan gelombang. Spektra FTIR dari adsorben AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M sesudah adsorpsi dengan ion logam Cu(II) dan Ni(II) dapat dilihat pada Gambar 12 dan Gambar 13. Pada spektra FTIR dari adsorben AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M sesudah adsorpsi dengan ion logam Cu(II) dan Ni(II) vibrasi regangan OH (Si-OH), bengkokan OH (Si-OH), regangan asimetri Si-O (Si-O-Si), regangan asimetri Si-O-Si dan bengkokan Si-O-Si secara berturut-turut terdapat pada bilangan gelombang 3440,82; 1645,34; 1027,58; 685,22; dan 450,82 cm<sup>-1</sup>, sedangkan sesudah adsorpsi dengan ion logam Ni(II) secara berturut-turut terdapat pada bilangan gelombang 3447,63; 1646,82; 1004,78; 693,94; dan 441,54 cm<sup>-1</sup>. Berdasarkan hasil yang diperoleh dapat diperkirakan bahwa spektra FTIR adsorben hasil sintesis mirip dengan spektra FTIR Kiesel Gel 60G buatan E-Merck.

## **8. Difraktogram X-Ray**

Adsorben yang menghasilkan daya dan efisiensi adsorpsi optimum juga dikarakterisasi dengan XRD untuk menentukan parameter kisi dan struktur kristalnya. Berdasarkan interpretasi difraktogram XRD untuk abu Kelud 2014 terlihat bahwa struktur dari abu Kelud hasil kalsinasi berstruktur amorf. Pengabuan pada temperatur 700°C akan menghasilkan abu dengan silika bertekstur amorf, sedangkan pengabuan pada temperatur 800 dan 900°C akan menghasilkan abu dengan silika bertekstur kristal. Abu dengan struktur amorf lebih mudah dilebur dan mengoptimalkan silika yang dihasilkan (Hermania Em Wogo, dkk, 2011: 88). Pada difraktogram muncul adanya puncak tajam

pada  $2\theta$ : 29,956; hal ini menunjukkan abu Kelud 2014 mengandung senyawa  $\text{SiO}_2$  sesuai dengan JCPDS 83-1833.

Hasil interpretasi difraktogram XRD menunjukkan bahwa adsorben AK- $\text{CH}_3\text{COOH}$  mirip dengan data JCPDS  $\text{SiO}_2$  kode 83- 1833 yang dapat dilihat pada Tabel 10. Menurut Nuryono dan Narsito (2005: 27) pada difraktogram Kiesel Gel 60G E-Merck menunjukkan adanya pita melebar pada  $2\theta$  sekitar  $22^\circ$  ( $d=4,00$ ). Berdasarkan pola difraktogram AK- $\text{CH}_3\text{COOH}$  3M terlihat bahwa struktur dari silika gel adalah amorf. Adanya beberapa puncak yang tajam diakibatkan oleh masih banyaknya pengotor yang disebabkan oleh pencucian yang kurang bersih.

## **BAB V**

### **SIMPULAN DAN SARAN**

#### **A. SIMPULAN**

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan tentang modifikasi abu Kelud 2014 sebagai bahan adsorben ion logam tembaga(II) dan nikel(II) dengan asam asetat dapat dikemukakan hasil sebagai berikut:

1. Adsorben hasil sintesis memiliki karakteristik berwarna putih dan berbentuk serbuk halus. Adsorben hasil sintesis dengan asam asetat 3M mempunyai nilai produktifitas paling maksimum yaitu sebesar 9,55%. Nilai keasaman dan kadar air jenis adsorben AK-CH<sub>3</sub>COOH 1M, AK-CH<sub>3</sub>COOH 3M, AK-CH<sub>3</sub>COOH 5M, dan Kiesel Gel 60G buatan E merck secara berturut-turut adalah 3,482; 6,019; 3,164; dan 3,838 mmol/gram, sedangkan nilai kadar air secara berturut-turut adalah 47,5; 50,98; 28,43; dan 5%. Hasil interpretasi spektra IR dan difraktogram XRD menunjukkan bahwa adsorben hasil sintesis termasuk jenis silika gel dengan struktur amorf.
2. Daya adsorpsi dan efisiensi adsorpsi yang optimum dari adsorben hasil sintesis terhadap ion logam Cu(II) secara berturut-turut adalah 1,0776 mg/gram dan 98,5712%.
3. Daya adsorpsi dan efisiensi adsorpsi yang optimum dari adsorben hasil sintesis terhadap ion logam Ni(II) secara berturut-turut adalah 0,84891 mg/gram dan 98,3673%.
4. Konsentrasi asam asetat yang digunakan tidak berbanding lurus dengan daya dan efisiensi adsorpsi adsorben. Adsorben hasil sintesis dengan asam

asetat 3M mempunyai nilai daya adsorpsi dan efisiensi adsorpsi yang paling optimum.

## **B. SARAN**

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dikemukakan saran antara lain:

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan penambahan jenis asam yang berbeda dengan metode yang lain.
2. Perlu pengujian lebih lanjut tentang karakteristik adsorben hasil sintesis dengan asam asetat dengan metode yang berbeda.
3. Perlu dilakukan pengembangan lebih lanjut mengenai modifikasi silika gel hasil sintesis.
4. Perlu dilakukan kajian aplikasi silika gel sebagai adsorben pada ion logam yang lain.
5. Perlu dilakukan uji porosimetri untuk mengetahui ukuran pori dari permukaan adsorben.



## DAFTAR PUSTAKA

- \_\_\_\_\_. (2012). *Spektrofotometer Serapan Atom (AAS)*. Diakses dari <https://wytr33.wordpress.com/2012/10/09/motode-penelitian/>. Pada tanggal 25 Juli 2016 Pukul 13:56 WIB.
- \_\_\_\_\_. *Infrared Microscope AIM-8800*. Diakses dari <https://www.shimadzu.nl/infrared-microscope>. Pada tanggal 25 Juli 2016 Pukul 11:29 WIB.
- Agus Prastiyanto, Choril Azmiyati dan Adi Darmawan. (2006). Pengaruh Penambahan Merkaptobenzotiazol (MBT) terhadap Kemampuan Adsorpsi Silika Gel dari Kaca pada Ion Logam Kadmium. *Kimia-SI Student Journal*. Semarang: FMIPA Universitas Diponegoro Semarang.
- Ahmad Luthfi. (2014). *Penjelasan Sains Tentang Abu Vulkanik*. Diakses dari <http://techno.okezone.com/read/2014/02/14/56/941028/penjelasan-sains-tentang-abu-vulkanik/large>. Pada tanggal 5 Mei 2016 Pukul 10:04 WIB.
- Amun Amri, Supranto, dan M, Fahrurozi. (2004). Keseimbangan Adsorpsi Optional Campuran Biner Cd(II) dan Cr(II) dengan Zeolit ALam Terimpregnasi 2-merkaptobensotiazol. *Jurnal Natur Indonesia* 6 (2). Hal: 111-117 ISSN 1410-9379.
- Annadurai, Juang R.S and Lee D.J. (2002). Factorial Design Analysis of Dye on Activated Carbon Beads Incorporated with Calcium Alginate. *Journal of advance Environment of Research*. 6: hal 191.
- Austin, George T. (1996). *Industri Proses Kimia*. Jakarta: Erlangga.
- Birkholz, M. (2006). *Principle of X-Ray Diffraction*. Weinheim: Wiley-VCH.
- Brinker, C.S & Scherer, W.J. (1990). *Sol-gel Science: the Physics and Chemistry of sol-gel Processing*. San Diego: Academic press.
- Dwi Erikawati dan Susila Kristianingrum. (2015). Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Penambahan Asam Klorida. *Kimia-SI Student Journal*. II, Vol.IV, No.02, Tahun 2015. Universitas Negeri Yogyakarta.
- Effendi, H. (2003). *Telaah Kualitas Air bagi Pengelolaan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan*. Yogyakarta: Kanisius.
- Fessenden R.J. (1983). *Kimia Organik Jilid II*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Handini dan Susila Kristianingrum. (2015). Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Penambahan Asam Sulfat. *Kimia-SI Student Journal*. II, Vol.IV, No.02. Tahun 2015. Universitas Negeri Yogyakarta.

- Handini. (2015). Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Penambahan Asam Sulfat. *Skripsi*. Yogyakarta: FMIPA UNY.
- Hanno Zur Loye. *X-Ray Diffraction How It Works What It Can and What It Cannot Tell Us*. Diakses dari [www.chem.sc.edu/faculty/zurloye/XRDTutorial2013.pdf](http://www.chem.sc.edu/faculty/zurloye/XRDTutorial2013.pdf). Pada tanggal 25 Juli 2016, Pukul 14:18 WIB.
- Hardjono Sastrohamidjojo. (1992). *Spektroskopi Inframerah*. Yogyakarta: Liberty.
- Hermania Em Wogo, Juliana Ofi Segu, Pius Dore Ola. (2011). Sintesis Silika Gel Termobilisasi Dhitizon Melalui Proses Sol-Gel. *Jurnal Sains dan Terapan*. Vol 5, No.01. Hal 82-92.
- Juliyah. (2014). Abu Erupsi Kelud Mengandung Logam Berbahaya. Diakses dari <http://infopublik.id/read/68648/abu-erupsi-kelud-mengandung-logam-berbahaya.html>. Pada 8 Mei 2016. Pada tanggal 23 Juli 2015, Pukul 14:19 WIB.
- Kealay dan Haines. (2002). *Analytical Chemistry*. UK: BIOS Scientific Publisher Ltd.
- Khopkar, S.M. (2008). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Kim H. Tan. (1991). *Dasar-Dasar Kimia Tanah* (Alih Bahasa: Didiek Hadjar Goenadi). The University of Georgia: College of Agriculture Athens.
- Mashudi. (2015). Pengaruh Waktu Tahan pada Proses Hidrotermal dan Temperatur Kalsinasi terhadap Kekristalan Silika dari Bahan Alam Pasir Kuarsa. *Jurnal Fisika*. Vol. 04, No.01, Hal 32-36.
- Meitami Wardani. (2011). Pengaruh Jenis Asam Lemah Pada Sintesis Silika Gel Dari Abu Bagasse terhadap Adsorpsi Ion Logam Niel(II) dan Tembaga(II). *Skripsi*. Yogyakarta: FMIPA UNY.
- Mujiyanti, D. R., Nuryono, Kunarti E.S. (2010). Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi yang Termobilisasi dengan 3-(trimetoksisilil)-1-propaniol. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*. Vol 04, No.02. Hal 150-167.
- Nuryono dan Narsito. (2005). Effect of Acid Concentration on Characters of Silica Gel Synthesized from Sodium Silicate. *Indo, J. Chem* 5 (1). Hal 23-30.
- Oscik. (1982). *Adsorption*. England: Ellis Horwood Limited.
- Paturau, J.M. (1982). *By Product of The Came Sugar Industry*. Amsterdam Elsevier.

- Putri Eka Ningtyas. (2005). Karakteristik Kimia dan Mineralogi Abu Gunung Kelud Letusan Februari 2014. *Skripsi*. Institut Pertanian Bogor.
- Rouessac, R dan Rouessac A. (2000). *Chemical Analys: Modern Instrumentation Metods and Tecnigues*. Inggris: John Wiley and Sons Ltd.
- Schubert, U and Hushing, N. (2000). *Synthesis of Organic Material*. Weinheim: Wiley-VCH.
- Scott, R. P. W. (1993). *Silica Gel and Bonded Phases*. Chicester: John Wiley and Son's.
- Siti Sulastrri dan Susila Kristianingrum. (2010). Berbagai Macam Senyawa Silika: Sintesis, Karakterisasi dan Pemanfaatannya. *Prosiding Seminas Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA: FMIPA UNY*.
- Speight, D.J. (1999). *Colloid and Surface Chemistry*. Inggris: Butterwort-Heinemenn.
- Sudaryo dan Sutjipto. (2009). Identifikasi dan Penentuan Logam pada Tanah Vulkanik Di Daerah Cangkringan Kabupaten Sleman dengan Metode Analisis Aktivasi Neutron Cepat. *Seminar Nasional V SDM*. Yogyakarta: Sekolah Tinggi Nuklir.
- Suntoro, Hery Widiyanto, Sudadi, dan Eri Sambodo. (2014). Dampak Abu Vulkanik Erupsi Gunung Kelud dan Pupuk Kandang terhadap Ketersediaan dan Serapan Magnesium Tanaman Jagung Di Tanah Alfisol. *Jurnal Ilmu Tanah dan Agroklimatologi*. 11 (2). Hal 69.
- Susila Kristianingrum, Endang Dwi Siswani, dan Annisa Fillaeli. (2011). Pengaruh Jenis Asam Pada Sintesis Silika Gel Dari Abu Bagasse dan Uji Sifat Adsorptifitasnya Terhadap Ion Logam Tembaga(II). *Prosiding Seminar Nasional Kimia 26 November 2011*. Yogyakarta: FMIPA UNY.
- Tuhu Prihantoro. (2014). Candi Borobudur Dinyatakan Siaga Bencana. <http://m.suaramerdeka.com/index.php/read/news/2014/02/14/191068>. Diakses pada tanggal 8 Juni 2015, Pukul 21:06 WIB.
- Vogel. (1990). *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makri dan Semimikro*. (Alih Bahasa: Setiono dan Hadyana Pudjaatmaka). Edisi Ke Lima. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.
- Zul Alfian. (2003). Studi Perbandingan Penggunaan Kitosan sebagai Adsorben dalam Analisis Logam Tembaga ( $\text{Cu}^{2+}$ ) dengan Metode Pelarutan dan Perendaman. *Jurnal Sains Kimia*. Vol.7, No.1. Hal 15-17.

## Lampiran 1

### Perhitungan Efisiensi Produksi Adsorben Hasil Sintesis

Perhitungan massa adsorben per 6 gram abu vulkanik Kelud 2014 dan efisiensi produktivitas adsorben hasil sintesis sebagai berikut:

$$\text{Massa adsorben per 6 gram abu Kelud} = \frac{\text{Volume Na}_2\text{SiO}_3 \text{ yang diambil}}{\text{Volume Na}_2\text{SiO}_3 \text{ yang dihasilkan}} \times 6 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa adsorben per 6 gram abu Kelud} &= \frac{50 \text{ ml}}{150 \text{ ml}} \times 6 \text{ gram} \\ &= 2 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\text{Efisiensi produktivitas} = \frac{\text{Massa adsorben yang dihasilkan}}{\text{Massa adsorben per 6 gram abu Kelud}} \times 100\%$$

1. Efisiensi produktivitas AK  $\text{CH}_3\text{COOH}$  1M =  $\frac{0,158}{2} \times 100 \% = 7,90\%$
2. Efisiensi produktivitas AK  $\text{CH}_3\text{COOH}$  3M =  $\frac{0,191}{2} \times 100 \% = 9,55\%$
3. Efisiensi produktivitas AK  $\text{CH}_3\text{COOH}$  5M =  $\frac{0,189}{2} \times 100 \% = 9,45\%$

## Lampiran 2

### Pembuatan Larutan Asam Asetat dengan Konsentrasi 1 M, 3 M, dan 5 M

Pembuatan larutan diawali dengan menentukan molaritas awal dari larutan asam yang digunakan. Asam yang digunakan dalam penelitian ini adalah asam asetat buatan p.a Merck. Pembuatan asam asetat 1 M, 3 M, dan 5 M dari asam asetat pekat dengan konsentrasi 97,5% dan massa jenis 1,049 Kg L<sup>-1</sup>.

$$\begin{aligned}\text{Molaritas CH}_3\text{COOH} &= \frac{\% \text{CH}_3\text{COOH} \times \text{massa jenis CH}_3\text{COOH}}{\text{Mr CH}_3\text{COOH}} \times \frac{1000}{100} \\ &= \frac{97,5 \% \times 1,049}{60} \times \frac{1000}{100} \\ &= 17,04 \text{ M}\end{aligned}$$

#### 1. Pembuatan Asam Asetat 1 M

Pembuatan asam asetat 1 M dengan cara pengenceran dari asam asetat 17,04 M dengan rumus sebagai berikut:

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

Keterangan:

$$V_1 = \text{Volume awal larutan (mL)} \quad M_1 = \text{Konsentrasi awal larutan (M)}$$

$$V_2 = \text{Volume akhir larutan (mL)} \quad M_2 = \text{Konsentrasi akhir larutan (M)}$$

Perhitungan pengenceran asam asetat 1 M:

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 17,04 \text{ M} = 100 \text{ mL} \times 1 \text{ M}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \times 1 \text{ M}}{17,04 \text{ M}}$$

$$V_1 = 5,86 \text{ mL}$$

Mengambil 5,86 mL larutan asam asetat pekat dan memasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, mengencerkan larutan dengan menambahkan akuades hingga batas tera dan digojok sampai homogen dan larutan siap digunakan.

## 2. Pembuatan Asam Asetat 3 M

Pembuatan asam asetat 3 M dengan cara pengenceran dari asam asetat 17,04 M dengan rumus sebagai berikut:

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

Keterangan:

$V_1$  = Volume awal larutan (mL)       $M_1$  = Konsentrasi awal larutan (M)

$V_2$  = Volume akhir larutan (mL)       $M_2$  = Konsentrasi akhir larutan (M)

Perhitungan pengenceran asam asetat 3 M:

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 17,04 \text{ M} = 100 \text{ mL} \times 3 \text{ M}$$

$$\begin{aligned} V_1 &= \frac{100 \text{ mL} \times 3 \text{ M}}{17,04 \text{ M}} \\ &= 17,60 \text{ mL} \end{aligned}$$

Mengambil 17,60 mL larutan asam asetat pekat dan memasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, mengencerkan larutan dengan menambahkan akuades hingga batas tera dan digojok sampai homogen dan larutan siap digunakan.

## 3. Pembuatan Asam Asetat 5 M

Pembuatan asam asetat 5 M dengan cara pengenceran dari asam asetat 17,04 M dengan rumus sebagai berikut:

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

Keterangan:

$V_1$  = Volume awal larutan (mL)       $M_1$  = Konsentrasi awal larutan (M)

$V_2$  = Volume akhir larutan (mL)       $M_2$  = Konsentrasi akhir larutan (M)

Perhitungan pengenceran asam asetat 5 M:

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 17,04 \text{ M} = 100 \text{ mL} \times 5 \text{ M}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \times 5 \text{ M}}{17,04 \text{ M}}$$

$$= 29,34 \text{ mL}$$

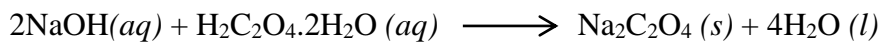
Mengambil 29,34 mL larutan asam asetat pekat dan memasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, mengencerkan larutan dengan menambahkan akuades hingga batas tera dan digojok sampai homogen dan larutan siap digunakan.

### Lampiran 3

#### Standarisasi Larutan NaOH 0,1 M dan HCl 0,1M

##### 1. Standarisasi Larutan NaOH 0,1 M untuk Uji Keasaman Adsorben

Standarisasi larutan NaOH 0,1 M dilakukan dengan metode titrasi volumetri secara alkalimetri yaitu dengan menggunakan larutan asam oksalat ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dengan persamaan reaksi sebagai berikut :



Langkah kerja :

- a. Menimbang  $\pm 1,26$  gram asam oksalat ke dalam kaca arloji, dibilas dengan akuademineralisata dan dimasukkan ke dalam bekker gelas. Setelah larut dipindah ke dalam labu ukur 100 mL. Bekker gelas dibilas dengan akuademineralisata sampai bersih dan menambahkan akuademineralisata sampai batas tera. Kocok sampai homogen.
- b. Mengambil larutan asam oksalat 0,1M yang telah dibuat sebanyak 5 mL dan memasukkan ke dalam erlenmeyer dan menambahkan 2 tetes indikator pp.
- c. Memasukkan NaOH 0,1 M yang akan distandarisasi ke dalam buret yang telah dicuci dengan akuademineralisata dan dibilas dengan larutan NaOH 0,1 M yang telah dibuat.
- d. Mentitrasi larutan asam oksalat 0,1 M dengan larutan NaOH 0,1 M tetes demi tetes sampai terjadi perubahan warna dari tak berwarna menjadi merah jambu. Titrasi dilakukan secara triplo.
- e. Mencatat volume titrasi dan menghitung molaritas NaOH sebenarnya.



$$\begin{aligned}
 \text{Molaritas asam oksalat} &= \frac{\text{massa (gram)}}{\text{massa molekul relatif} \left( \frac{\text{gram}}{\text{mol}} \right) \times \text{volume (L)}} \\
 &= \frac{1,26 \text{ gram}}{126 \frac{\text{gram}}{\text{mol}} \times 0,1 \text{ L}} \\
 &= 0,1 \text{ M}
 \end{aligned}$$

Volume titrasi yakni  $V_1 = 9,6 \text{ mL}$  ;  $V_2 = 9,6 \text{ mL}$  dan  $V_3 = 9,6 \text{ mL}$ , sehingga didapatkan  $V_{\text{rata-rata}} = 9,6 \text{ mL}$ .

Untuk mengetahui konsentrasi sebenarnya NaOH digunakan persamaan :

$$V_{\text{NaOH}} \times M_{\text{NaOH}} = 2 \times M_{\text{oks}} \times V_{\text{oks}}$$

$$M_{\text{NaOH}} = \frac{2 \times M_{\text{oks}} \times V_{\text{oks}}}{V_{\text{NaOH}}}$$

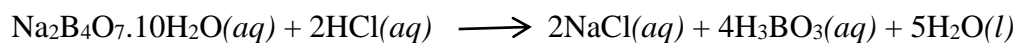
$$M_{\text{NaOH}} = \frac{2 \times 0,1 \times 5}{9,6}$$

$$M_{\text{NaOH}} = 0,1041 \text{ M}$$

## 2. Standarisasi Larutan HCl 0,1 M untuk Titrasi Kembali Pada Saat Uji

### Keasaman Adsorben

Standarisasi larutan HCl dilakukan dengan metode titrasi volumetri yaitu asidimetri dengan menggunakan larutan natrium boraks ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) sebagai titrat dan larutan HCl sebagai titran. Reaksi kimia yang terjadi:



Langkah kerja :

- Menimbang  $\pm 3,814$  gram natrium boraks ke dalam kaca arloji, dibilas dengan akuademineralisata dan dimasukkan ke dalam bekker gelas. Setelah larut dipindah ke dalam labu ukur 100 mL. Bekker gelas dibilas dengan

akuademineralisata sampai bersih dan menambahkan akuademineralisata sampai batas tera. Kocok sampai homogen.

- b. Mengambil larutan natrium boraks 0,1 M yang telah dibuat sebanyak 5 mL dan memasukkan ke dalam erlenmeyer dan menambahkan 2 tetes indikator *metil orange* (MO).
- c. Memasukkan HCl 0,1 M yang akan distandarisasi ke dalam buret yang telah dicuci dengan akuademineralisata dan dibilas dengan larutan HCl 0,1 M yang telah dibuat.
- d. Mentitrasi larutan natrium boraks 0,1 M dengan larutan NaOH 0,1 M tetes demi tetes sampai terjadi perubahan warna dari jingga menjadi merah . Titrasi dilakukan secara triplo.
- e. Mencatat volume titrasi dan menghitung molaritas HCl sebenarnya

$$\begin{aligned}\text{Molaritas natrium boraks} &= \frac{\text{massa (gram)}}{\text{massa molekul relatif } \left(\frac{\text{gram}}{\text{mol}}\right) \times \text{volume (L)}} \\ &= \frac{3,814 \text{ gram}}{381,4 \frac{\text{gram}}{\text{mol}} \times 0,1 \text{ L}} \\ &= 0,1 \text{ M}\end{aligned}$$

Volume titrasi yakni  $V_1 = 12,8 \text{ mL}$  ;  $V_2 = 12,5 \text{ mL}$  dan  $V_3 = 12,5 \text{ mL}$ ,

sehingga didapatkan  $V_{\text{rata-rata}} = 12,6 \text{ mL}$ .

Untuk mengetahui konsentrasi sebenarnya HCl digunakan persamaan :

$$\begin{aligned}V_{\text{HCl}} \times M_{\text{HCl}} &= 2 \times M_{\text{Na.Boraks}} \times V_{\text{Na.Boraks}} \\ M_{\text{HCl}} &= \frac{2 \times M_{\text{Na.Boraks}} \times V_{\text{Na.Boraks}}}{V_{\text{HCl}}}\end{aligned}$$

$$M_{\text{HCl}} = \frac{2 \times 0,1 \times 5}{12,6}$$

$$M_{\text{HCl}} = 0,0793 \text{ M}$$

#### Lampiran 4

##### Hasil Perhitungan Keasaman Adsorben Hasil Sintesis dan Kiesel Gel 60G

Tabel 12. Hasil Perhitungan Keasaman Adsorben Hasil Sintesis dan Kiesel Gel 60G

Jenis Silika Gel	Ulangan	Berat silika gel (g)	Larutan NaOH 0.1041 M		Larutan standar HCl 0,0793 M		NaOH yang bereaksi (mmol) (a-b)	Keasaman (mmol/gram)	
			Volume (mL)	mmol (a)	Volume (mL)	mmol (b)		Ulangan	Rata-rata
AK-CH <sub>3</sub> COOH 1 M	1	0,05	7,5	0,78075	7,6	0,60268	0,17807	3,5614	3,4821
	2	0,05	7,5	0,78075	7,7	0,61061	0,17014	3,4028	
AK-CH <sub>3</sub> COOH 3 M	1	0,05	7,5	0,78075	6,0	0,47580	0,30495	6,0990	6,0197
	2	0,05	7,5	0,78075	6,1	0,48373	0,29702	5,9404	
AK-CH <sub>3</sub> COOH 5 M	1	0,05	7,5	0,78075	7,9	0,62647	0,15428	3,0856	3,1649
	2	0,05	7,5	0,78075	7,8	0,61854	0,16221	3,2442	
Kiesel gel 60G E Merck	1	0,05	7,5	0,78075	7,35	0,5829	0,19785	3,957	3,8380
	2	0,05	7,5	0,78075	7,5	0,5948	0,18595	3,719	

#### **Lampiran 4**

#### **Data Perhitungan Keasaman Adsorben**

#### **Tabel Data Perhitungan Keasaman Silika Gel**

Tabel 12. Data Perhitungan Keasaman Adsorben

## Lampiran 5

### Penentuan Keasaman Adsorben

Perhitungan keasaman silika gel diawali dengan menentukan jumlah (mmol) NaOH yang bereaksi dengan adsorben dengan rumus sebagai berikut:

$$\begin{aligned}\text{mmol NaOH yang bereaksi} &= \text{mmol NaOH awal} - \text{mmol NaOH sis} \\ &= \text{mmol NaOH awal} - \text{mmol NaOH titrasi}\end{aligned}$$

Dimana jumlah NaOH yang bereaksi dengan adsorben sebanding dengan jumlah asam dalam sampel. Keasaman adsorben dapat didefinisikan sebagai mmol NaOH yang bereaksi dengan 1 gram adsorben. Keasaman adsorben dapat dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\begin{aligned}\text{Keasaman } \left(\frac{\text{mmol}}{\text{gram}}\right) &= \frac{\text{mmol NaOH awal} - \text{mmol NaOH sisa}}{\text{berat adsorben (gram)}} \\ &= \frac{(V \text{ NaOH} \times M \text{ NaOH}) - (V \text{ HCl} \times M \text{ HCl})}{\text{berat adsorben (gram)}}\end{aligned}$$

Larutan NaOH dan larutan HCl yang digunakan sebelumnya telah distandarisasi terlebih dahulu agar data yang didapatkan lebih valid. Hasil standarisasi larutan NaOH yang telah didapat sebesar 0,1041 M dan larutan HCl sebesar 0,0793 M.

Perhitungan keasaman adsorben hasil sintesis dengan berbagai variasi konsentrasi asam asetat sebagai berikut:

#### 1. Asam Asetat 1 M

Ulangan 1

$$\text{Keasaman} = \frac{0,78075 - 0,60268}{0,05}$$

$$\text{Keasaman} = 3,5614 \text{ mmol/gram}$$

Ulangan 2

$$\text{Keasaman} = \frac{0,78075 - 0,61061}{0,05}$$

$$\text{Keasaman} = 3,4028 \text{ mmol/gram}$$

$$\begin{aligned}\text{Keasaman rata-rata} &= \frac{3,5614 + 3,4028}{2} \\ &= 3,4821 \text{ mmol/gram}\end{aligned}$$

2. Asam Asetat 3 M

Ulangan 1

$$\text{Keasaman} = \frac{0,78075 - 0,47580}{0,05}$$

$$\text{Keasaman} = 6,0990 \text{ mmol/gram}$$

Ulangan 2

$$\text{Keasaman} = \frac{0,78075 - 0,48373}{0,05}$$

$$\text{Keasaman} = 6,9404 \text{ mmol/gram}$$

$$\begin{aligned}\text{Keasaman rata-rata} &= \frac{6,0990 + 6,9404}{2} \\ &= 6,5197 \text{ mmol/gram}\end{aligned}$$

3. Asam Asetat 5M

Ulangan 1

$$\text{Keasaman} = \frac{0,78075 - 0,62647}{0,05}$$

$$\text{Keasaman} = 3,0856 \text{ mmol/gram}$$

Ulangan 2

$$\text{Keasaman} = \frac{0,78075 - 0,61854}{0,05}$$

$$\text{Keasaman} = 3,2442 \text{ mmol/gram}$$

$$\begin{aligned}\text{Keasaman rata-rata} &= \frac{3,0856 + 3,2442}{2} \\ &= 3,1649 \text{ mmol/gram}\end{aligned}$$

## Lampiran 6

### Hasil Perhitungan Kadar Air Adsorben Hasil Sintesis dan Kiesel Gel 60G

Tabel 13. Hasil Perhitungan Kadar Air Adsorben Hasil Sintesis dan Kiesel Gel 60G

Jenis Adsorben	Ulangan	Sebelum pemanasan			Setelah Pemanasan		Berat air (g)	Kadar air		
		Berat krus (g)	Berat sampel (g)	Jumlah (g)	100°C 4 jam (g)	600°C 2 jam (g)		Ulangan (%)	Rata- rata	Rata- rata
AK-CH <sub>3</sub> COOH 1 M	1	22,506	0,050	22,556	22,546	22,523	0,023	460	47,5	0,47
	2	23,224	0,051	23,275	23,269	23,244	0,025	49,0		
AK-CH <sub>3</sub> COOH 3 M	1	19,553	0,051	19,604	19,599	19,575	0,024	47,1	51,0	0,5
	2	20,435	0,051	20,486	20,477	20,449	0,028	54,9		
AK-CH <sub>3</sub> COOH 5 M	1	20,431	0,051	20,481	20,469	20,454	0,015	29,4	28,4	0,28
	2	22,858	0,051	22,909	22,898	22,884	0,014	27,5		
Kiesel Gel E-Merck	1	20,924	0,050	20,974	21,169	21,166	0,003	6,0	5,0	0,05
	2	18,37	0,050	18,42	18,613	18,611	0,002	4,0		

## **Lampiran 6**

### **Data Perhitungan Kadar Air Adsorben**

#### **Tabel Perhitungan Kadar Air Adsorben**

Tabel 13. Data Perhitungan Kadar Air Adsorben



## Lampiran 7

### Penentuan Kadar Air Adsorben

Penentuan kadar air dalam adsorben dihitung berdasarkan banyaknya air yang dilepaskan oleh adsorben saat dipijarkan per gram adsorben. Penentuan kadar air adsorben dihitung menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{Kadar air} = \frac{\text{berat air dalam adsorben}}{\text{berat adsorben sebelum pemanasan}} \times 100 \%$$

Data kadar air tersebut digunakan untuk menentukan rumus molekul adsorben dengan asumsi adsorben hasil sintesis hanya terdiri dari  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$ . Adsorben jenis silika gel memiliki rumus kimia  $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ . Nilai  $x$  dapat ditentukan dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\% \text{SiO}_2 = (100 - \text{kadar air}) \%$$

$$x = \frac{\% \text{H}_2\text{O}}{18,0154} \times \frac{60,0828}{\% \text{SiO}_2}$$

#### 1. Penentuan kadar air dan rumus kimia adsorben hasil sintesis dengan asam asetat 1M

Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar air} &= \frac{0,023}{0,05} \times 100\% \\ &= 46\% \end{aligned}$$

Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar air} &= \frac{0,025}{0,05} \times 100\% \\ &= 49\% \end{aligned}$$

$$\text{Kadar air rata-rata} = \frac{46+49}{2}$$

$$= 47,5\%$$

$$\% \text{ SiO}_2 = (100 - 47,5)\%$$

$$= 52,5\%$$

$$x = \frac{47,5}{18,0154} \times \frac{60,0828}{52,5}$$

$$= 3,01$$

## 2. Penentuan kadar air dan rumus kimia adsorben hasil sintesis dengan

### asam asetat 3M

#### Ulangan 1

$$\text{Kadar air} = \frac{0,024}{0,05} \times 100\%$$

$$= 47,05\%$$

#### Ulangan 2

$$\text{Kadar air} = \frac{0,028}{0,05} \times 100\%$$

$$= 54,9\%$$

$$\text{Kadar air rata-rata} = \frac{47,05+54,9}{2}$$

$$= 50,98\%$$

$$\% \text{ SiO}_2 = (100 - 50,98)\%$$

$$= 49,02\%$$

$$x = \frac{50,98}{18,0154} \times \frac{60,0828}{49,02}$$

$$= 3,46$$

### 3. Penentuan kadar air dan rumus kimia adsorben hasil sintesis dengan asam asetat 5M

Ulangan 1

$$\begin{aligned}\text{Kadar air} &= \frac{0,015}{0,05} \times 100\% \\ &= 29,41\%\end{aligned}$$

Ulangan 2

$$\begin{aligned}\text{Kadar air} &= \frac{0,014}{0,05} \times 100\% \\ &= 27,45\%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar air rata-rata} &= \frac{29,41+27,45}{2} \\ &= 28,43\%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\% \text{ SiO}_2 &= (100 - 28,43)\% \\ &= 71,57\%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}x &= \frac{28,43}{18,0154} \times \frac{60,0828}{71,57} \\ &= 1,32\end{aligned}$$

## Lampiran 8

### Pembuatan Larutan Standar Logam Cu(II) dengan Berbagai Konsentrasi

Pembuatan larutan standar Cu(II) dengan konsentrasi 1000 ppm sebagai larutan induk dengan volume 100 ml. Massa kristal  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  yang diperlukan dalam pembuatan larutan induk timbal(II) dapat dicari dengan rumus:

$$\text{Massa} = \frac{\text{volume larutan} \times \text{Mr Senyawa} \times \text{ppm yang dibuat}}{\text{Jumlah logam dalam senyawa} \times \text{Ar logam} \times 1000}$$

$$\text{Massa Kristal Cu(II)} = \frac{100 \times 249.6850 \times 1000}{1 \times 63.546 \times 1000}$$

$$\text{Massa kristal Cu(II)} = 392,920 \text{ mg} = 0,393 \text{ g}$$

Menimbang sebanyak 0,393 g kristal  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  kemudian dilarutkan dalam akuades hingga volume 100 ml. Pembuatan larutan standar tembaga dilakukan dengan mengencerkan larutan induk  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  1000 ppm dengan rumus:

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

Keterangan:

$V_1$  = Volume awal larutan (mL)

$V_2$  = Volume akhir larutan (mL)

$M_1$  = konsentrasi awal larutan (ppm)

$M_2$  = konsentrasi akhir larutan (ppm)

Pembuatan larutan standar Cu(II) 0 ; 2; 4; 6; 8; dan 10 ppm dilakukan dengan mengambil larutan induk Cu(II) 1000 ppm sebanyak 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; dan 1 mL kemudian masing-masing ditambah aquademineralisata hingga 100 mL.

## Lampiran 9

### Pembuatan Larutan Standar Logam Ni(II) dengan Berbagai Konsentrasi

Pembuatan larutan standar nikel dengan konsentrasi 1000 ppm sebagai larutan induk dengan volume 100 ml. Massa kristal  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang diperlukan dalam pembuatan larutan induk nikel(II) dapat dicari dengan rumus:

$$\text{Massa NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{volume larutan} \times \text{Mr Senyawa} \times \text{ppm yang dibuat}}{\text{Jumlah logam dalam senyawa} \times \text{Ar logam} \times 1000}$$

$$\text{Massa kristal Ni(II)} = \frac{100 \times 290,7949 \times 1000}{1 \times 58,6934 \times 1000}$$

$$\text{Massa kristal Ni(II)} = 495,447 \text{ mg} = 0,495 \text{ g}$$

Menimbang sebanyak 0,495 g kristal  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kemudian dilarutkan dalam akuademineralisata hingga volume 100 ml. Pembuatan larutan standar nikel dilakukan dengan mengencerkan larutan induk  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  1000 ppm dengan rumus:

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

Keterangan:

$V_1$  = Volume awal larutan (mL)

$V_2$  = Volume akhir larutan (mL)

$M_1$  = konsentrasi awal larutan (ppm)

$M_2$  = konsentrasi akhir larutan (ppm)

Pembuatan larutan standar Ni(II) 0 ; 2; 4; 8; dan 10 ppm dilakukan dengan mengambil larutan induk Ni(II) 1000 ppm sebanyak 0; 0,2; 0,4; 0,8; dan 1 mL kemudian masing-masing ditambah aquademineralisata hingga 100 mL.

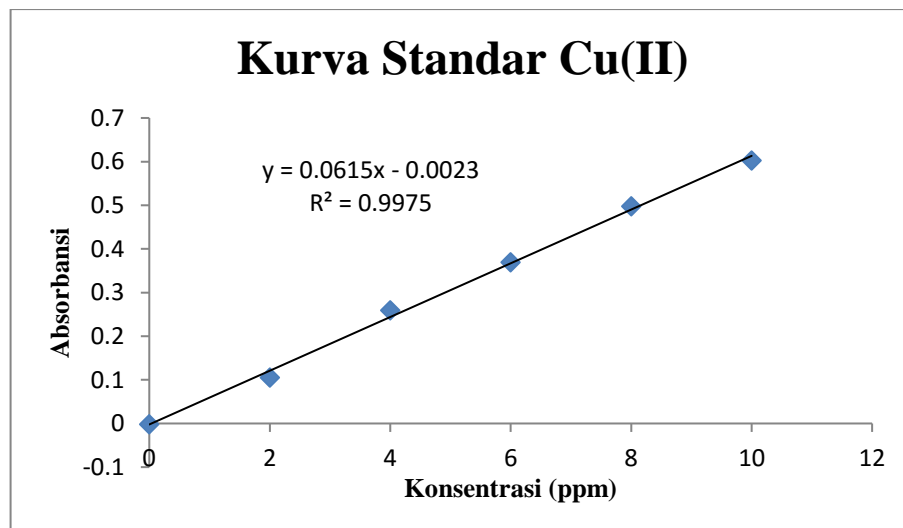
## Lampiran 10

### Penentuan Garis Persamaan Regresi Linear Larutan Standar Cu(II)

#### A. Absorbansi Larutan Cu(II) dengan Variasi Konsentrasi

Tabel 14. Konsentrasi (X) dan Absorbansi (Y) Larutan Standar Cu(II)

No.	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1.	0	-0,0015
2.	2	0,1053
3.	4	0,2591
4.	6	0,3695
5.	8	0,4979
6.	10	0,6025



Gambar 24. Kurva Standar Cu(II)

## B. Perhitungan Persamaan Regresi dan Uji Signifikasi Garis Regresi

Tabel 15. Statistik Penentuan Persamaan Garis Regresi Linear Larutan Standar Cu(II)

No.	X(ppm)	Y (Absorbansi)	X <sup>2</sup>	Y <sup>2</sup>	XY
1	0	-0,0015	0	0,0000	0,0000
2	2	0,1053	4	0,0111	0,2106
3	4	0,2591	16	0,0671	1,0364
4	6	0,3695	36	0,1365	2,2170
5	8	0,4979	64	0,2479	3,9832
6	10	0,6025	100	0,3630	6,0250
Σ	30	1,8328	220	0,8257	13,4722

Dari data pada Tabel diatas dapat ditentukan persamaan garis regresi linear:

$$Y = aX + b$$

$$a = \frac{n\sum XY - (\sum X)(\sum Y)}{n\sum X^2 - (\sum X)^2}$$
$$= \frac{6(13.4722) - (30)(1,8328)}{6(220) - (30)^2}$$

$$= 0,061546$$

$$b = \frac{(\sum Y)(\sum X)^2 - (\sum X)(\sum XY)}{n\sum X^2 - (\sum X)^2}$$
$$= \frac{(1,8328)(220) - (30)(13,4722)}{6(220) - (30)^2}$$

$$= -0,00226$$

### C. Penentuan Signifikasi Korelasi X (Konsentrasi Larutan Standar Cu(II) dan Y (Absorbansi)

Penentuan signifikasi korelasi konsentrasi larutan standar Cu(II) dan absorpsi dihitung dengan teknik korelasi momen tangkar dari Pearson (korelasi *product momen*) menggunakan rumus sebagai berikut:

$$R_{hitung} = \frac{n(\sum XY) - (\sum X)(\sum Y)}{\sqrt{[(n\sum X^2) - (\sum X)^2][(n\sum Y^2) - (\sum Y)^2]}}$$

$$R_{hitung} = \frac{6(13,4722) - (30)(1,8328)}{\sqrt{[6(220) - (30)^2][6(0,8257) - (1,8328)^2]}}$$
$$= 0,998702$$

Dari perhitungan diatas dapat diketahui persamaan garis regresi linear larutan standar Cu(II) adalah  $Y = 0,061546X - 0,00226$  dengan  $R = 0,998702$ . harga R kemudian dikonsultasikan dengan R momen tangkar dengan jumlah data 6 pada taraf signifikan 1%. Berdasarkan data tersebut diperoleh hasil bahwa R hitung lebih besar dari R Tabel 18 (0,917). Dengan demikian adanya korelasi signifikan antara X dan Y.

### D. Perhitungan Linearitas Garis Regresi Linear Larutan Standar Cu(II)

Persamaan garis regresi linear diuji linearitasnya terlebih dahulu sebelum digunakan untuk menentukan konsentrasi sampel. Uji linearitas dilakukan dengan menggunakan rumus dan perhitungan sebagai berikut:

$$JK_{reg} = \frac{(\sum XY)^2}{(\sum X)^2}$$

$$JK_{reg} = \frac{(13,4722)^2}{220}$$



$$JK_{reg} = 0,8250$$

$$db_{reg} = 1$$

$$JK_{res} = \Sigma Y^2 - Jk_{reg}$$

$$JK_{res} = 0,8527 - 0,8520$$

$$JK_{res} = 0,0007$$

$$db_{res} = n - 2$$

$$db_{res} = 6 - 2$$

$$db_{res} = 4$$

$$RJK_{reg} = \frac{JK_{reg}}{db_{reg}} = \frac{0,8250}{1} = 0,8250$$

$$RJK_{res} = \frac{JK_{res}}{db_{res}} = \frac{0,0007}{4} = 0,000175$$

$$F_{hitung} = \frac{RJK_{reg}}{RJK_{res}} = \frac{0,8250}{0,000175} = 4714,2857$$

Harga F dikonsultasikan dengan harga F pada Tabel 19 dengan db (1,4) pada taraf signifikan 1% yaitu 21,205. Harga F hitung lebih besar dari F Tabel 19, maka dapat disimpulkan bahwa persamaan regresinya adalah linear.

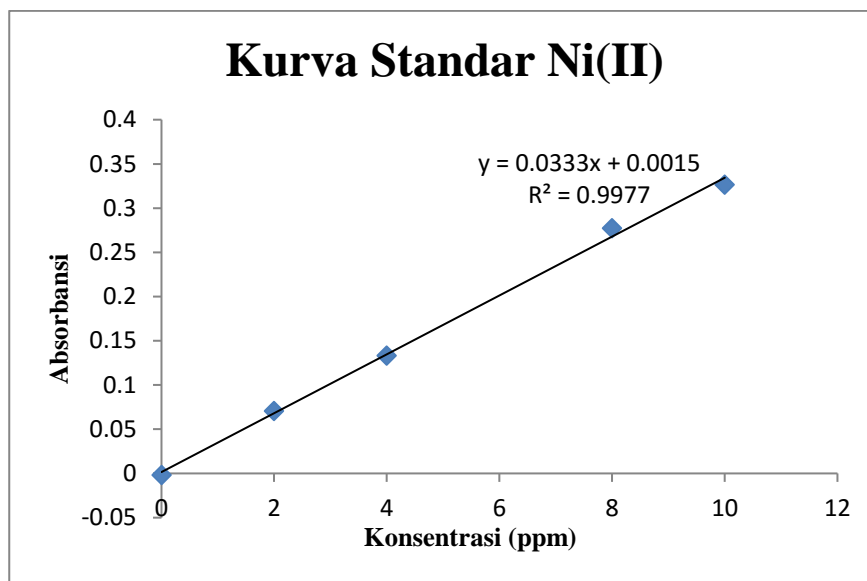
## Lampiran 11

### Penentuan Garis Persamaan Regresi Linear Larutan Standar Ni(II)

#### A. Absorbansi Larutan Cu(II) dengan Variasi Konsentrasi

Tabel 16. Konsentrasi (X) dan Absorbansi (Y) Larutan Standar Ni(II)

No.	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1.	0	-0,0017
2.	2	0,0708
3.	4	0,1332
4.	8	0,2776
5.	10	0,3266



Gambar 25. Kurva Standar Ni(II)

## B. Perhitungan Persamaan Regresi dan Uji Signifikasi Garis Regresi

Tabel 17. Statistik Penentuan Persamaan Garis Regresi Linear Larutan Standar Ni(II)

No.	X(ppm)	Y (Absorbansi)	X <sup>2</sup>	Y <sup>2</sup>	XY
1	0	-0,0017	0	0,0000	0,0000
2	2	0,0708	4	0,0050	0,1416
3	4	0,1332	16	0,0177	0,5328
4	8	0,2776	64	0,0771	2,2208
5	10	0,3266	100	0,1067	3,2660
Σ	24	0,8065	184	0,2065	6,1612

Dari data pada Tabel diatas dapat ditentukan persamaan garis regresi linear:

$$Y = aX + b$$

$$\begin{aligned} a &= \frac{n\sum XY - (\sum X)(\sum Y)}{n\sum X^2 - (\sum X)^2} \\ &= \frac{5(6,1612) - (24)(0,8065)}{5(184) - (24)^2} \\ &= 0,03328 \\ b &= \frac{(\sum Y)(\sum X)^2 - (\sum X)(\sum XY)}{n\sum X^2 - (\sum X)^2} \\ &= \frac{(0,8065)(184) - (24)(6,1612)}{5(184) - (24)^2} \\ &= 0,00153 \end{aligned}$$

### C. Penentuan Signifikasi Korelasi X (Konsentrasi Larutan Standar Ni(II)) dan Y (Absorbansi)

Penentuan signifikasi korelasi konsentrasi larutan standar Ni(II) dan absorpsi dihitung dengan teknik korelasi momen tangkar dari Pearson (korelasi *product momen*) menggunakan rumus sebagai berikut:

$$R_{\text{hitung}} = \frac{n(\sum XY) - (\sum X)(\sum Y)}{\sqrt{[(n\sum X^2) - (\sum X)^2][(n\sum Y^2) - (\sum Y)^2]}}$$

$$R_{\text{hitung}} = \frac{5(6,1612) - (24)(0,8065)}{\sqrt{[5(184) - (24)^2][5(0,2065) - (0,8065)^2]}}$$
$$= 0,998761$$

Dari perhitungan diatas dapat diketahui persamaan garis regresi linear larutan standar Ni(II) adalah  $Y = 0,03328X - 0,00153$  dengan  $R = 0,998761$ .

Berdasarkan perhitungan di atas dapat diketahui persamaan garis regresi linear larutan standar Ni(II) adalah  $Y = 0,03328X - 0,00153$  dengan  $R = 0,998761$ . Harga R kemudian dikonsultasikan dengan R momen tangkar dengan jumlah data 5 pada taraf signifikan 1%. Berdasarkan data tersebut diperoleh hasil bahwa  $R_{\text{hitung}}$  lebih besar dari Tabel 18 (0,959), dengan demikian adanya korelasi signifikan antara X dan Y.

### D. Perhitungan Linearitas Garis Regresi Linear Larutan Standar Ni(II)

Persamaan garis regresi linear diuji linearitasnya terlebih dahulu sebelum digunakan untuk menentukan konsentrasi sampel. Uji linearitas dilakukan dengan menggunakan rumus dan perhitungan sebagai berikut:

$$JK_{reg} = \frac{(\sum XY)^2}{(\sum X)^2}$$

$$JK_{reg} = \frac{(6,1612)^2}{184}$$

$$JK_{reg} = 0,2063$$

$$db_{reg} = 1$$

$$JK_{res} = \sum Y^2 - Jk_{reg}$$

$$JK_{res} = 0,2065 - 0,2063$$

$$JK_{res} = 0,0002$$

$$db_{res} = n - 2$$

$$db_{res} = 5 - 2$$

$$db_{res} = 3$$

$$RJK_{reg} = \frac{JK_{reg}}{db_{reg}} = \frac{0,2063}{1} = 0,2063$$

$$RJK_{res} = \frac{JK_{res}}{db_{res}} = \frac{0,0002}{3} = 0,0000667$$

$$F_{hitung} = \frac{RJK_{reg}}{RJK_{res}} = \frac{0,2063}{0,000067} = 3079,1044$$

Harga F dikonsultasikan dengan harga F Tabel dengan db (1,4) pada taraf signifikan 1% yaitu 34,12. Harga F hitung lebih besar dari F Tabel 19, maka dapat disimpulkan bahwa persamaan regresinya adalah linear.

Tabel 18. Daftar R Nilai Koefisien Korelasi

Taraf Signifikasi			Taraf Signifikasi			Taraf Signifikasi		
n	5%	1%	n	5%	1%	n	5%	1%
3	0,997	0,999	27	0,381	0,487	55	0,266	0,345
4	0,950	0,990	28	0,374	0,478	60	0,254	0,330
5	0,878	0,959	29	0,367	0,470	65	0,244	0,317
6	0,811	0,917	30	0,361	0,463	70	0,235	0,306
7	0,754	0,874	31	0,355	0,456	75	0,227	0,296
8	0,707	0,834	32	0,349	0,449	80	0,220	0,286
9	0,666	0,798	33	0,344	0,442	85	0,213	0,278
10	0,632	0,765	34	0,339	0,436	90	0,207	0,270
11	0,602	0,735	35	0,334	0,430	95	0,202	0,263
12	0,514	0,708	36	0,329	0,424	100	0,195	0,256
13	0,497	0,684	37	0,325	0,418	125	0,176	0,230
14	0,482	0,661	38	0,320	0,413	150	0,259	0,210
15	0,514	0,641	39	0,316	0,408	175	0,148	0,194
16	0,497	0,623	40	0,312	0,403	200	0,138	0,181
17	0,428	0,606	41	0,308	0,398	300	0,113	0,148
18	0,468	0,590	42	0,304	0,393	400	0,098	0,128
19	0,456	0,575	43	0,301	0,384	500	0,088	0,115
20	0,444	0,561	44	0,297	0,384	600	0,080	0,105
21	0,433	0,549	45	0,294	0,380	700	0,074	0,097
22	0,423	0,537	46	0,291	0,376	800	0,070	0,091
23	0,413	0,526	47	0,288	0,372	900	0,065	0,086
24	0,404	0,515	48	0,284	0,368	1000	0,062	0,081
25	0,396	0,505	49	0,281	0,364			
26	0,388	0,496	50	0,279	0,361			

Tabel 19. Nilai F pada Taraf 1% dan 5%

db untuk RK pembagi	db untuk rerata kuadrat pembilang				
	1	2	3	4	5
1	161 4052	199,5 4999,5	215,7 5403,4	224,6 5624,6	230,2 5763,6
2	1851 98,50	19,00 99,00	19,17 99,17	19,25 99,25	19,30 99,3
3	10,13 34,12	9,55 30,82	9,28 29,46	9,12 28,71	9,01 28,24
4	7,71 21,2	6,94 18,00	6,59 16,69	6,39 15,98	6,26 15,52
5	6,99 16,26	5,79 13,27	5,42 12,06	5,19 11,39	5,05 10,97
6	5,99 13,75	5,14 10,92	4,76 9,78	4,53 9,15	4,39 8,75
7	5,59 12,25	4,74 9,55	4,35 8,45	4,12 7,85	3,97 7,46
8	5,32 11,26	4,46 8,65	4,07 7,59	3,84 7,01	3,69 6,63
9	5,12 10,56	4,26 8,02	3,86 6,99	3,63 6,42	3,48 6,06
10	4,96 10,04	4,10 7,56	3,71 6,55	3,48 5,99	3,33 5,64

## Lampiran 12

### Hasil Perhitungan Daya dan Efisiensi Adsorpsi Adsorben Hasil Sintesis dan Kiesel Gel 60G terhadap Ion Logam Cu(II) 10 ppm

#### A. Hasil Perhitungan Daya dan Efisiensi Adsorpsi Adsorben Hasil Sintesis dan Kiesel Gel 60G terhadap Ion Logam Cu(II) 10 ppm

Tabel 20. Hasil Perhitungan Daya dan Efisiensi Adsorpsi Adsorben Hasil Sintesis dan Kiesel Gel 60G terhadap Ion Logam Cu(II) 10 ppm

Jenis Adsorben	Ulangan	Berat Adsorben (g)	[Cu] Awal (ppm)	[Cu] Sisa (ppm)	Cu Terabsorp (ppm)	D (mg/g)	D rata-rata	Ep (%)	Ep Rata-rata
KG-60G	1	0,1	10,9322	0,5424	10,3898	1,03898	1,03904	95,03851	95,0440
	2	0,1	10,9322	0,5412	10,3910	1,03910		95,04949	
AK-CH <sub>3</sub> COOH 1 M	1	0,1	10,9322	0,6876	10,2446	1,02446	1,02442	93,71032	93,7067
	2	0,1	10,9322	0,6884	10,2438	1,02438		93,70301	
AK-CH <sub>3</sub> COOH 3 M	1	0,1	10,9322	0,1564	10,7758	1,07758	1,0776	98,56936	98,5712
	2	0,1	10,9322	0,1560	10,7762	1,07762		98,57302	
AK-CH <sub>3</sub> COOH 5 M	1	0,1	10,9322	4,1910	6,7412	0,67412	0,67402	61,66371	61,6546
	2	0,1	10,9322	4,1930	6,7392	0,67392		61,64541	



## **Lampiran 12**

### **Perhitungan Daya dan Efisiensi Adsorpsi Ion Logam Cu(II) 10 ppm Oleh Berbagai Jenis Adsorben**

#### **A. Data Perhitungan Daya dan Efisiensi Adsorpsi Ion Logam Cu(II) 10 ppm Oleh Berbagai Jenis Adsorben**

Tabel 20. Data Perhitungan Daya dan Efisiensi Adsorpsi Ion Logam Cu(II)  
10 ppm Oleh Berbagai Jenis Adsorben

## **B. Perhitungan Konsentrasi Larutan Cu(II) dengan Persamaan Garis**

### **Regresi Linear Kurva Standar**

Persamaan garis regresi linear kurva standar yang diperoleh adalah

$$Y = 0,0615x - 0,00226$$

Dengan  $X$  = konsentrasi larutan Cu(II)

$Y$  = absorbansi larutan Cu(II)

Dengan menggunakan persamaan tersebut maka konsentrasi larutan Cu(II) sisa dapat dihitung dengan cara memasukkan data absorbansi ( $Y$ ) ke dalam persamaan regresi linear sehingga dapat diketahui nilai konsentrasi sisa ( $X$ ).

## **C. Perhitungan Daya Adsorpsi dan Efisiensi Adsorpsi Adsorben Hasil**

### **Sintesis terhadap ion Logam Cu(II)**

Daya dan efisiensi adsorpsi adsorben hasil sintesis terhadap ion logam Cu(II)

dapat diketahui dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$D = \frac{C_0 - C_1}{m} \times V$$

$$E_p = \frac{C_0 - C_1}{C_0} \times 100\%$$

Keterangan :

$D$  : daya adsorpsi (daya jerap) (mg/g)

$C_0$  : konsentrasi ion logam mula –mula (ppm)

$C_1$  : konsentrasi ion logam setelah proses adsorpsi (ppm)

$V$  : volume ion logam (L)

$M$  : massa adsorben (g)

$E_p$  : efisiensi adsorpsi (Efisiensi penjerapan)

Contoh perhitungan daya adsorpsi adsorben hasil sintesis dengan asam asetat 1M terhadap ion logam Cu(II) adalah sebagai berikut:

1. Ulangan 1

$$D_1 = \frac{Co-C1}{m} \times V = \frac{10,9322-0,6876}{0,100} \times 0,01 = 1,02446 \text{ mg/g}$$

2. Ulangan 2

$$D_2 = \frac{Co-C1}{m} \times V = \frac{10,9322-0,6884}{0,100} \times 0,01 = 1,02438 \text{ mg/g}$$

$$D_{rata-rata} = \frac{1,02446 + 1,02438}{2} = 1,02442 \text{ mg/g}$$

Dari data tersebut dapat diketahui daya adsorpsi rata-rata oleh adsorben hasil sintesis dengan asam asetat 1M adalah 1,02442 mg/g. Perhitungan untuk jenis adsorben yang lain dapat dihitung dengan cara yang sama. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 20.

Contoh perhitungan daya adsorpsi adsorben hasil sintesis dengan asam asetat 1M terhadap ion logam Cu(II) adalah sebagai berikut:

1. Ulangan 1

$$Ep_1 = \frac{Co-C1}{Co} \times 100\% = \frac{10,9322-0,6876}{10,9322} \times 100\% = 93,71032\%$$

2. Ulangan 2

$$Ep_2 = \frac{Co-C1}{Co} \times V = \frac{10,9322-0,6884}{10,9322} \times 100\% = 93,70301\%$$

$$Ep_{rata-rata} = \frac{93,71032+93,70301}{2} = 93,7067\%$$

Berdasarkan data tersebut dapat diketahui efisiensi adsorpsi rata-rata oleh adsorben hasil sintesis dengan asam asetat 1M adalah 93,7067%. Perhitungan untuk jenis adsorben yang lain dapat dihitung dengan cara yang sama. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 20.

### Lampiran 13

#### Hasil Perhitungan Daya dan Efisiensi Adsorpsi Adsorben Hasil Sintesis dan Kiesel Gel 60G terhadap Ion Logam Ni(II) 10 ppm

##### A. Hasil Perhitungan Daya dan Efisiensi Adsorpsi Adsorben Hasil Sintesis dan Kiesel Gel 60G terhadap Ion Logam Ni(II) 10 ppm

Tabel 21. Hasil Perhitungan Daya dan Efisiensi Adsorpsi Adsorben Hasil Sintesis dan Kiesel Gel 60G terhadap Ion Logam Ni(II) 10 ppm

Jenis Adsorben	Ulangan	Berat Adsorben (g)	[Ni] Awal (ppm)	[Ni] Sisa (ppm)	Ni Terabsorp (ppm)	D (mg/g)	D rata-rata	Ep (%)	Ep Rata-rata
KG-60G	1	0,1	8,63	10,212	-1,582	-0,1582	-0,15855	-18,3314	-18,3720
	2	0,1	8,63	10,219	-1,589	-0,1589		-18,4125	
AK CH <sub>3</sub> COOH 1 M	1	0,1	8,63	0,2704	8,3596	0,8360	0,835975	96,86674	96,8685
	2	0,1	8,63	0,2701	8,3599	0,8360		96,87022	
AK CH <sub>3</sub> COOH 3 M	1	0,1	8,63	0,1410	8,4890	0,8489	0,84891	98,36616	98,3673
	2	0,1	8,63	0,1408	8,4892	0,8489		98,36848	
AK CH <sub>3</sub> COOH 5 M	1	0,1	8,63	0,3462	8,2838	0,8284	0,828365	95,98841	95,9867
	2	0,1	8,63	0,3465	8,2835	0,8284		95,98494	

### **Lampiran 13**

#### **Perhitungan Daya dan Efisiensi Adsorpsi Ion Logam Ni(II) 10 ppm Oleh Berbagai Jenis Adsorben**

##### **A. Data Perhitungan Daya dan Efisiensi Adsorpsi Ion Logam Ni(II) 10 ppm Oleh Berbagai Jenis Adsorben**

Tabel 21. Data Perhitungan Daya dan Efisiensi Adsorpsi Ion Logam Ni(II)  
10 ppm Oleh Berbagai Jenis Adsorben

## **B. Perhitungan Konsentrasi Larutan Ni(II) dengan Persamaan Garis Regresi**

### **Linear Kurva Standar**

Persamaan garis regresi linear kurva standar yang diperoleh adalah

$$Y = 0,03328X + 0,00153$$

Dengan  $X$  = konsentrasi larutan Ni(II)

$Y$  = absorbansi larutan Ni(II)

Dengan menggunakan persamaan tersebut maka konsentrasi larutan Ni(II) sisa dapat dihitung dengan cara memasukkan data absorbansi ( $Y$ ) ke dalam persamaan regresi linear sehingga dapat diketahui nilai konsentrasi sisa ( $X$ ).

## **C. Perhitungan Daya Adsorpsi dan Efisiensi Adsorpsi Adsorben Hasil**

### **Sintesis terhadap ion Logam Ni(II)**

Daya dan efisiensi adsorpsi adsorben hasil sintesis terhadap ion logam Ni(II) dapat diketahui dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$D = \frac{C_0 - C_1}{m} \times V$$

$$E_p = \frac{C_0 - C_1}{C_0} \times 100\%$$

Keterangan :

$D$  : daya adsorpsi (daya jerap) (mg/g)

$C_0$  : konsentrasi ion logam mula –mula (ppm)

$C_1$  : konsentrasi ion logam setelah proses adsorpsi (ppm)

$V$  : volume ion logam (L)

$M$  : massa adsorben (g)

$E_p$  : efisiensi adsorpsi (Efisiensi penjerapan)

Contoh perhitungan daya adsorpsi adsorben hasil sintesis dengan asam asetat 1M terhadap ion logam Ni(II) adalah sebagai berikut:

1. Ulangan 1

$$D_1 = \frac{Co-C1}{m} \times V = \frac{8,6300-0,2704}{0,100} \times 0,01 = 0,8360 \text{ mg/g}$$

2. Ulangan 2

$$D_2 = \frac{Co-C1}{m} \times V = \frac{10,9322-0,2701}{0,100} \times 0,01 = 0,8360 \text{ mg/g}$$

$$D_{\text{rata-rata}} = \frac{0,8360+0,8360}{2} = 0,835975 \text{ mg/g}$$

Dari data tersebut dapat diketahui daya adsorpsi rata-rata oleh adsorben hasil sintesis dengan asam asetat 1M adalah 0,835975 mg/g. Perhitungan untuk jenis adsorben yang lain dapat dihitung dengan cara yang sama. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 21.

Contoh perhitungan daya adsorpsi adsorben hasil sintesis dengan asam asetat 1M terhadap ion logam Ni(II) adalah sebagai berikut:

1. Ulangan 1

$$Ep_1 = \frac{Co-C1}{Co} \times 100\% = \frac{8,6300-0,8360}{8,63000} \times 100\% = 96,86674\%$$

2. Ulangan 2

$$Ep_2 = \frac{Co-C1}{Co} \times V = \frac{8,6300-0,8360}{8,63000} \times 100\% = 96,87022\%$$

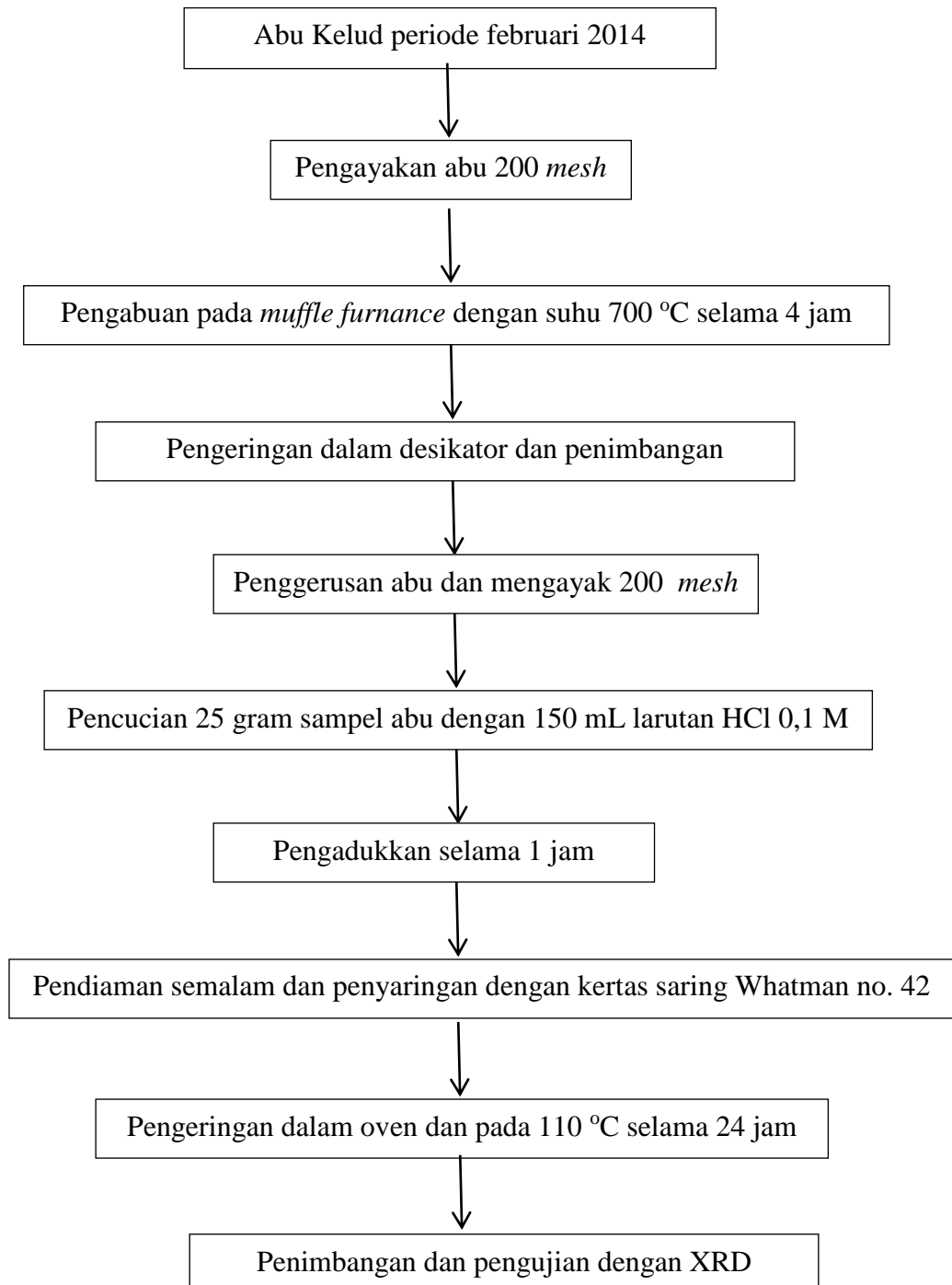
$$Ep_{\text{rata-rata}} = \frac{96,86674+96,87022}{2} = 96,8685\%$$

Dari data tersebut dapat diketahui efisiensi adsorpsi rata-rata oleh adsorben hasil sintesis dengan asam asetat 1M adalah 96,8685%. Perhitungan untuk jenis adsorben yang lain dapat dihitung dengan cara yang sama. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 21.

## Lampiran 14

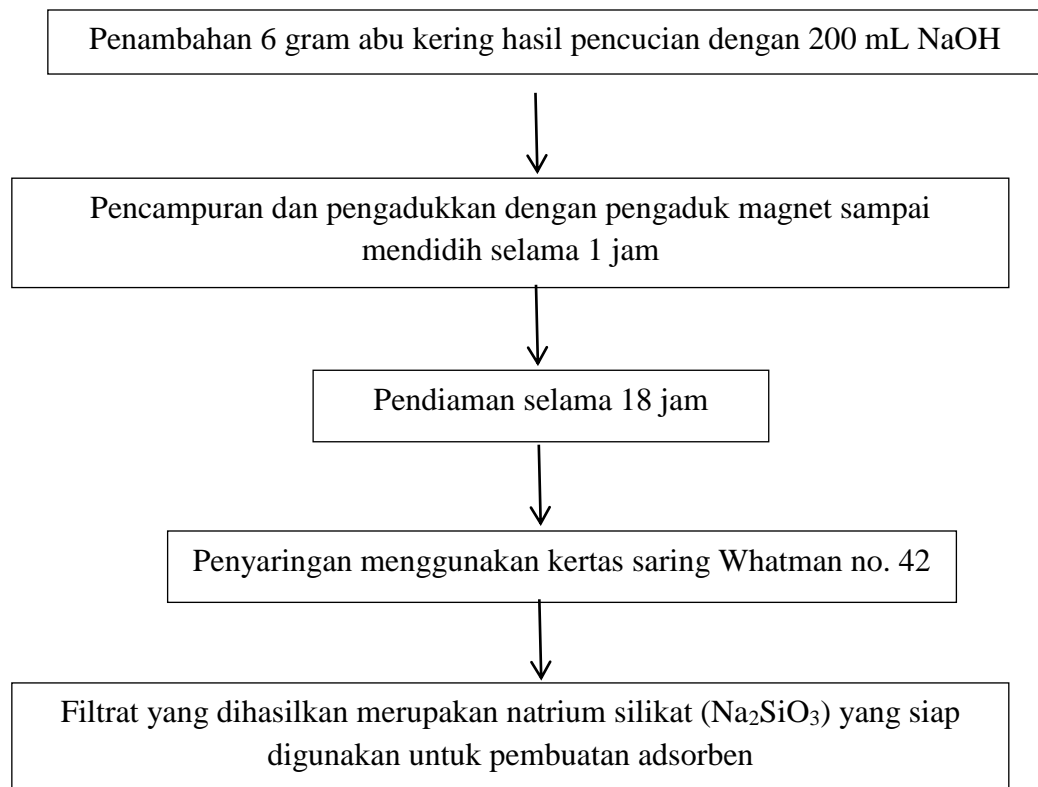
### Bagan Prosedur Penelitian

#### A. Pengabuan dan Pencucian

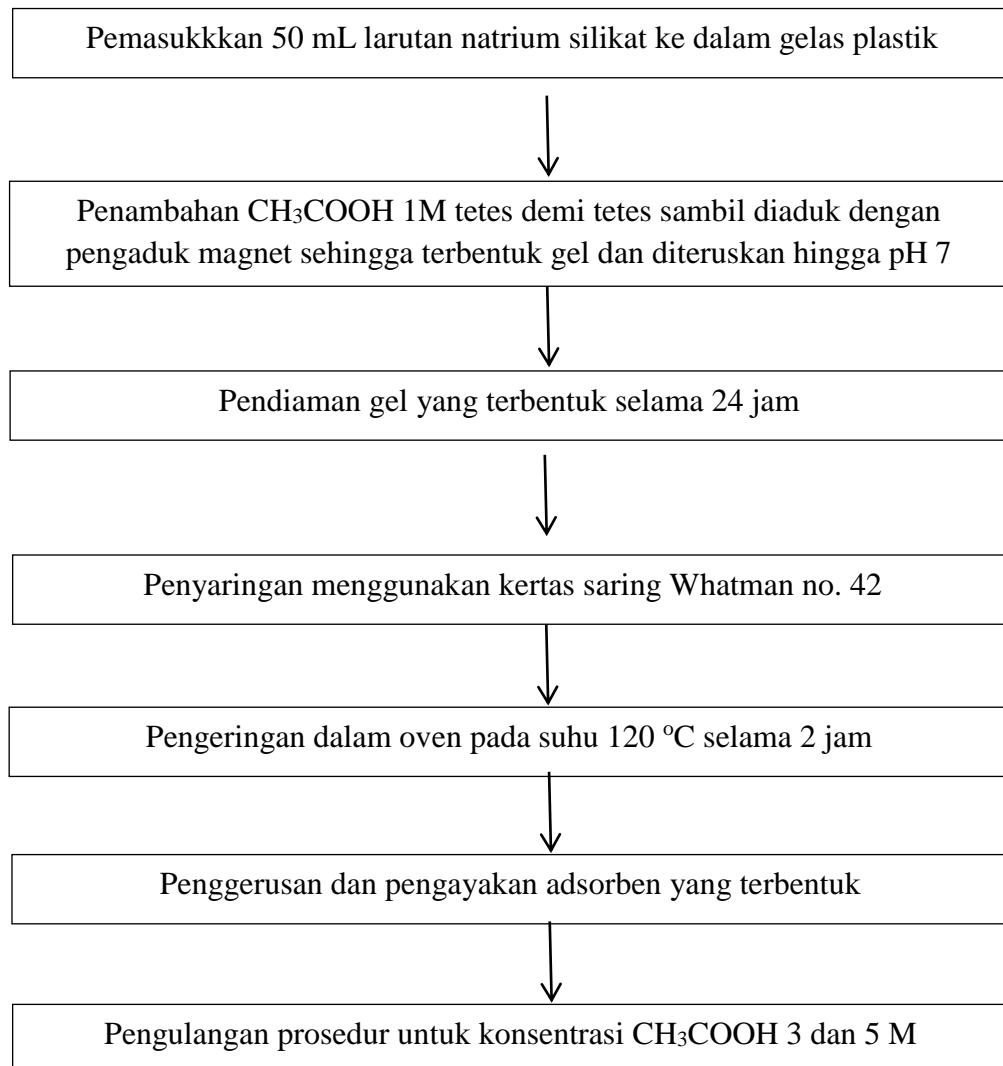




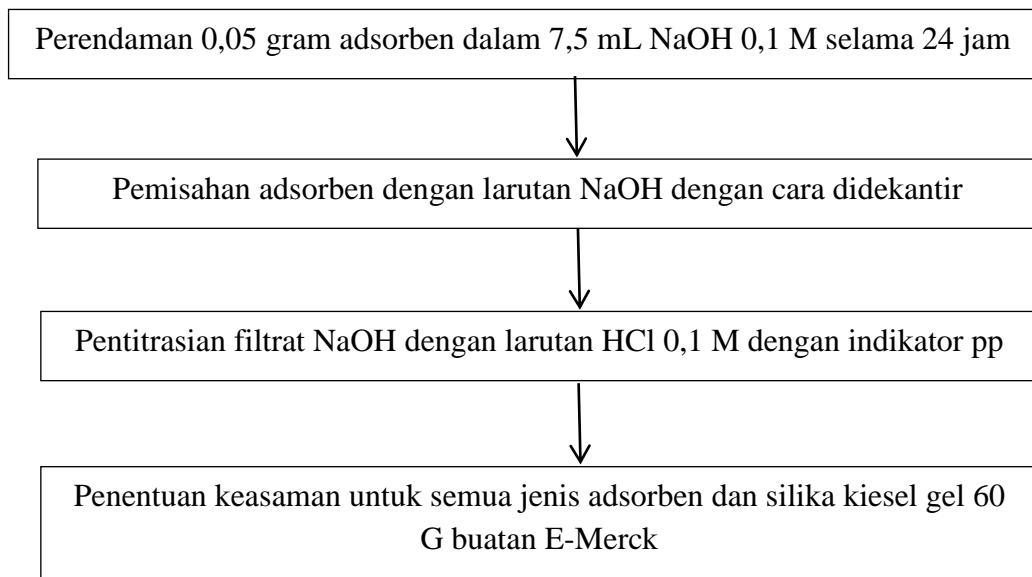
## B. Pembuatan Natrium Silikat dari Abu Vulkanik Kelud 2014



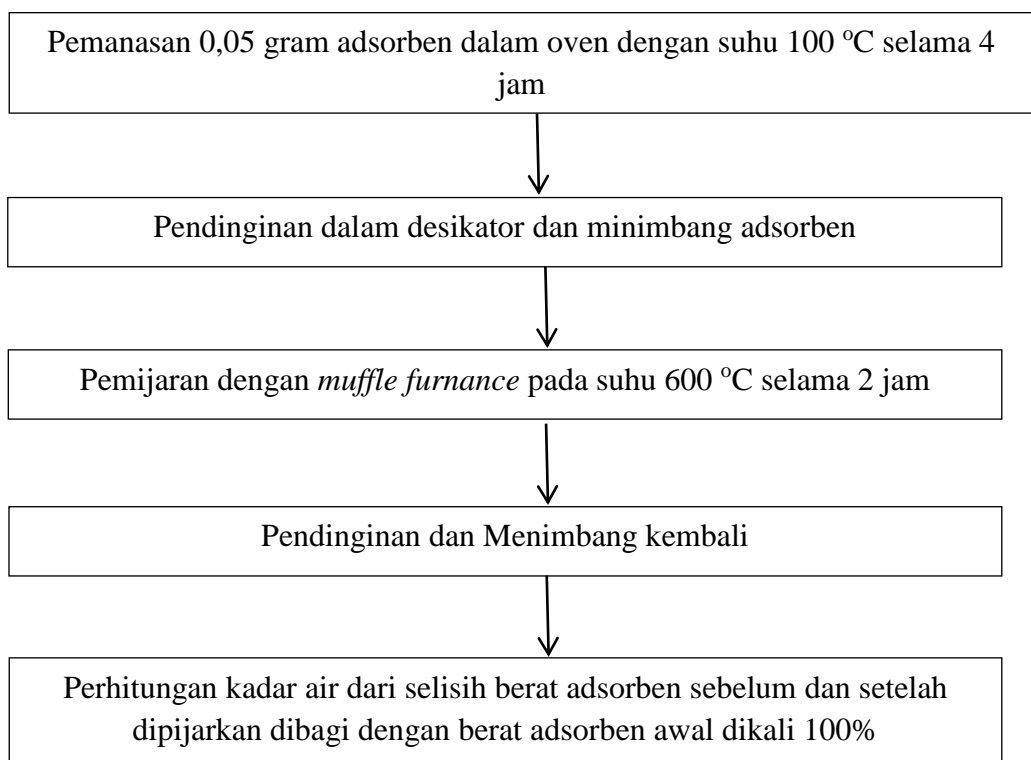
### C. Sintesis Adsorben melalui Proses Sol-Gel dan Karakterisasinya



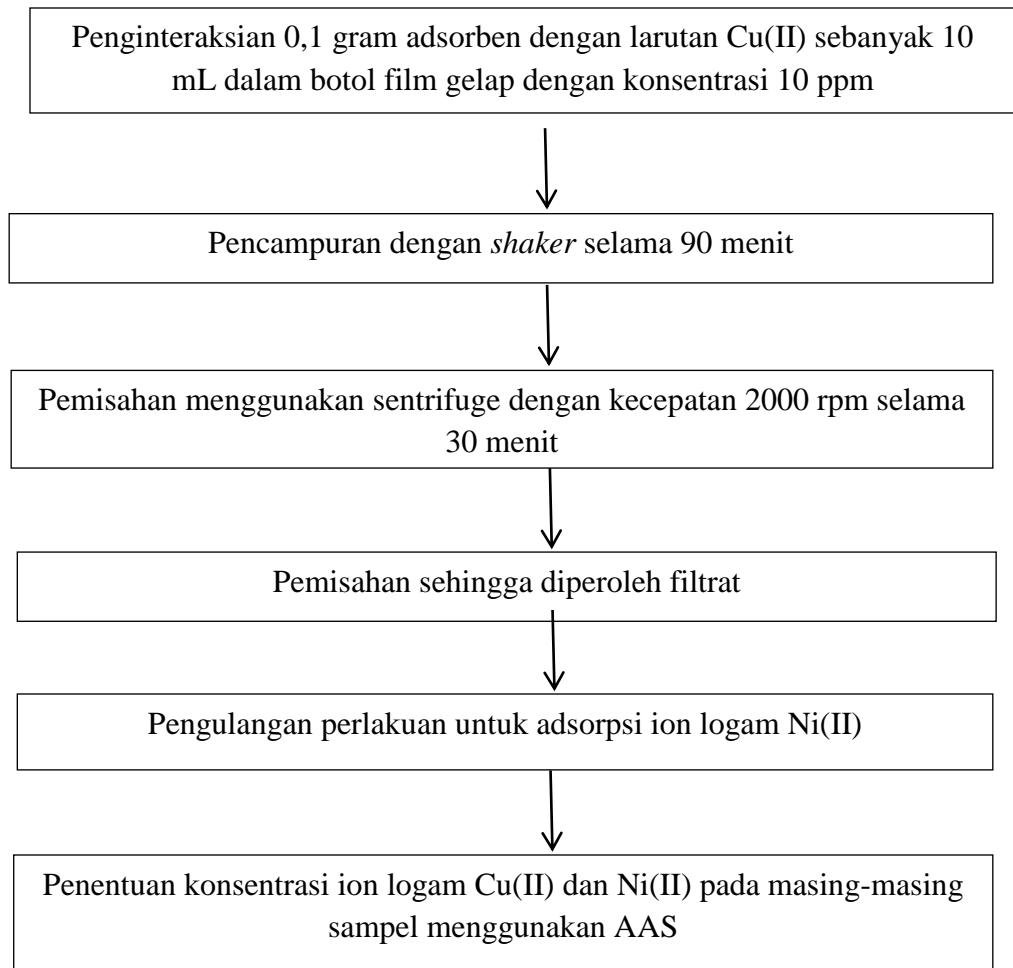
#### D. Penentuan Keasaman Adsorben dengan Metode Volumetri



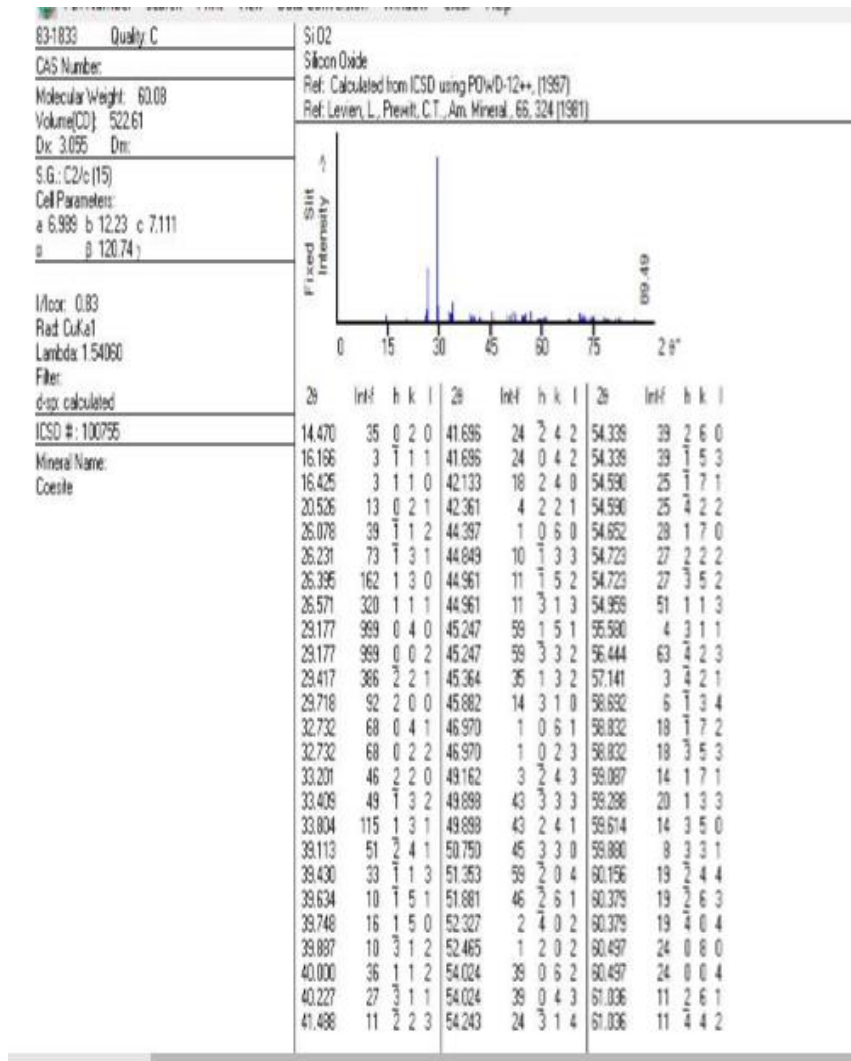
#### E. Penentuan Kadar Air Adsorben



#### F. Adsorpsi Ion Logam Cu(II) dan Ni(II)



Gambar 26. JCPDS 83-1833 Sebagai Pembanding

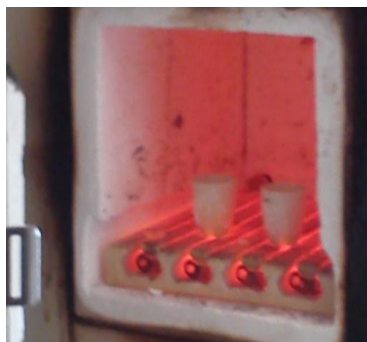


## Lampiran 15

### Dokumentasi Penelitian



Penyaringan dengan  
Buchner



Pengabuan dengan Muffle  
Furnace



Pengeringan dengan  
Oven



Abu Hasil Kalsinasi



Abu Setelah Pencucian



Pembuatan Natrium  
Silikat



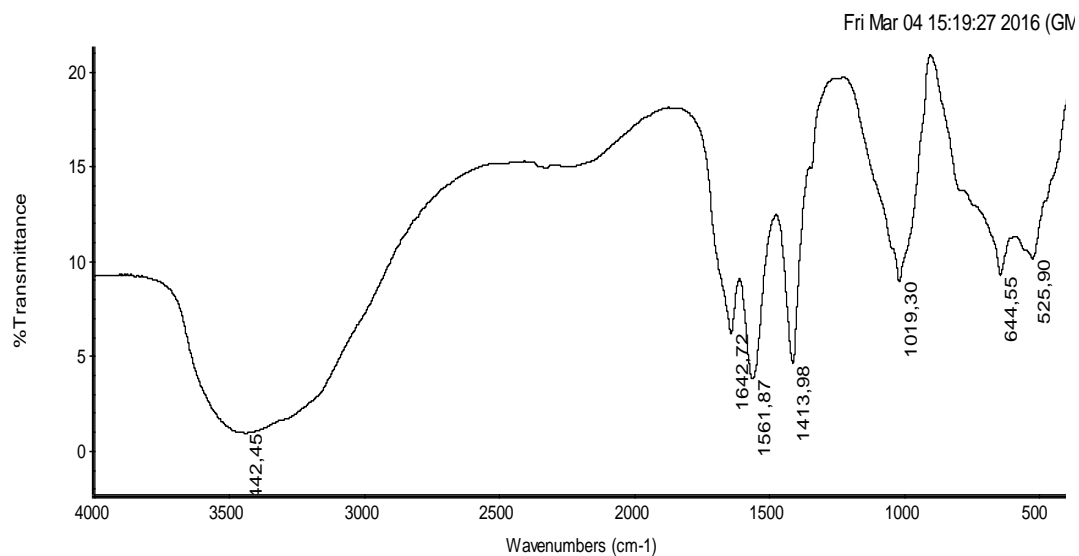
Sintesis Silika gel



Hasil Penyaringan hidrogel



Adsorben Hasil  
Sintesis



Collection time: Fri Mar 04 14:35:53 2016 (GMT+07:

Fri Mar 04 15:19:25 2016 (GMT+07:00)

FIND PEAKS:

Spectrum: \*Asetat 3M

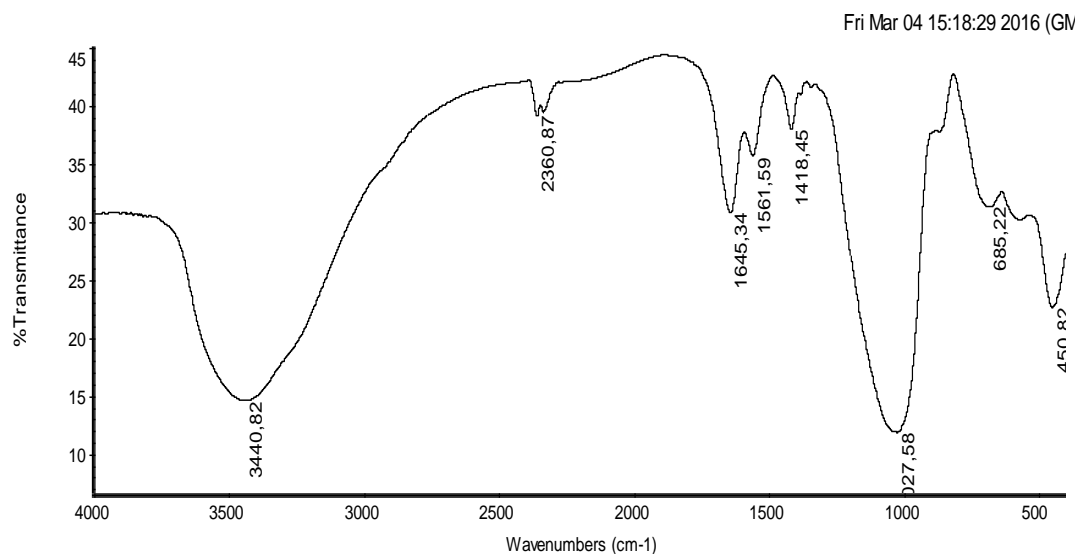
Region: 4000,00 400,00

Absolute threshold: 21,450

Sensitivity: 50

Peak list:

Position: 3442,45	Intensity: 0,820
Position: 1561,87	Intensity: 3,687
Position: 1413,98	Intensity: 4,465
Position: 1642,72	Intensity: 6,107
Position: 1019,30	Intensity: 8,848
Position: 644,55	Intensity: 9,150
Position: 525,90	Intensity: 10,047



Collection time: Fri Mar 04 14:40:43 2016 (GMT+07:

Fri Mar 04 15:18:28 2016 (GMT+07:00)

FIND PEAKS:

Spectrum: \*A3Madsorpsi Cu

Region: 4000,00 400,00

Absolute threshold: 45,293

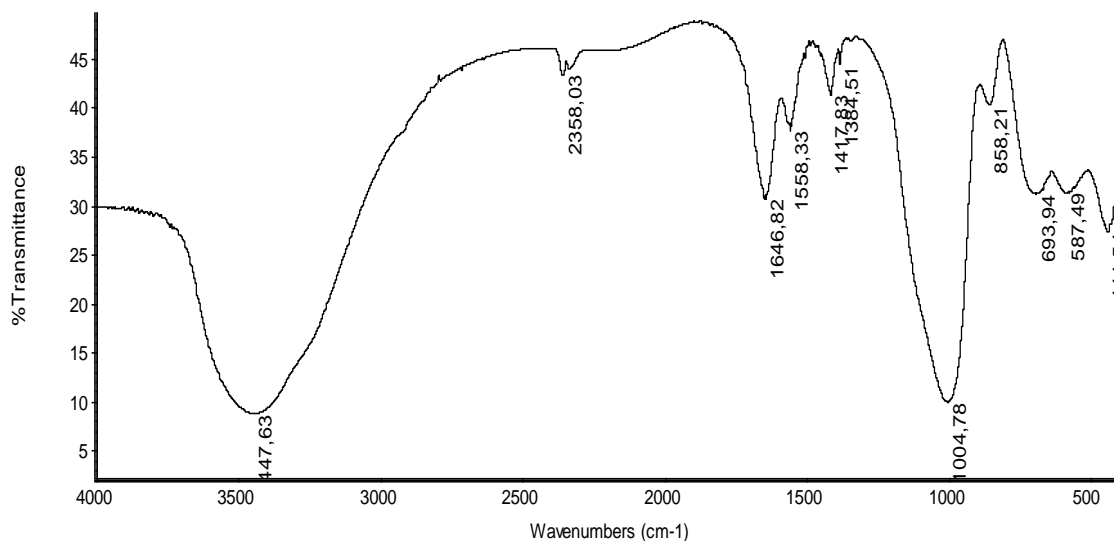
Sensitivity: 50

Peak list:

Position: 1027,58	Intensity: 11,705
Position: 3440,82	Intensity: 14,430
Position: 450,82	Intensity: 22,486
Position: 1645,34	Intensity: 30,725
Position: 685,22	Intensity: 31,229
Position: 1561,59	Intensity: 35,556
Position: 1418,45	Intensity: 37,907
Position: 2360,87	Intensity: 39,048



Mon Apr 11 10:08:47 2016 (G



Collection time: Fri Apr 08 11:01:11 2016 (GMT+07:1

Mon Apr 11 10:08:46 2016 (GMT+07:00)

FIND PEAKS:

Spectrum: Adsorpsi Ni CH3COOH 3 M Ni

Region: 4000,00 400,00

Absolute threshold: 50,085

Sensitivity: 50

Peak list:

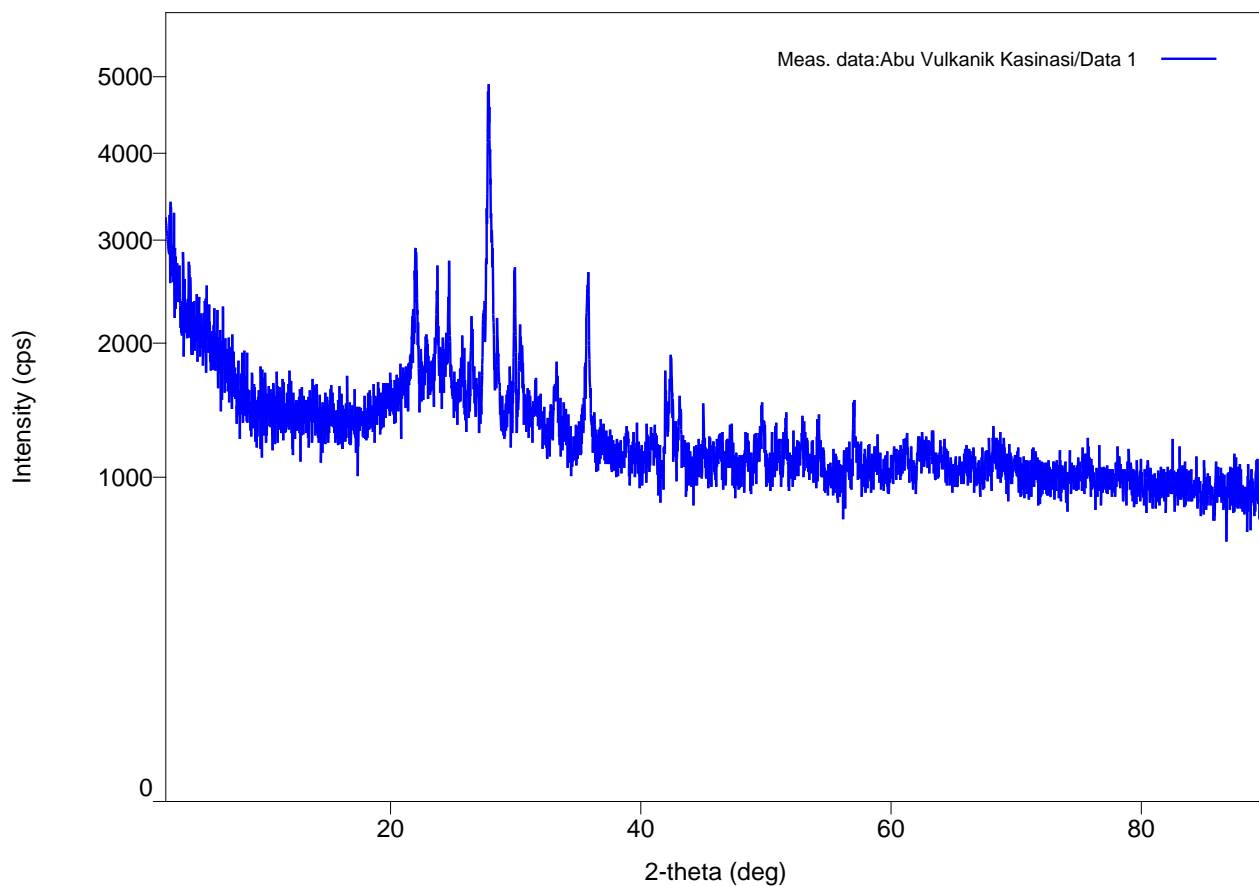
Position:	3447,63	Intensity:	8,476
Position:	1004,78	Intensity:	9,717
Position:	441,54	Intensity:	27,108
Position:	1646,82	Intensity:	30,492
Position:	693,94	Intensity:	31,038
Position:	587,49	Intensity:	31,126
Position:	1558,33	Intensity:	37,488
Position:	858,21	Intensity:	40,121
Position:	1417,83	Intensity:	41,216
Position:	2358,03	Intensity:	43,168
Position:	1384,51	Intensity:	44,246

# Peak List

## General information

Analysis date	2015/11/16 11:06:46		
Sample name	Abu Vulkanik Kalsinasi	Measurement date	2015/11/16 10:48:01
File name	Abu Vulkanik Kasinasi.ras	Operator	administrator
Comment			

## Measurement profile



## Peak list

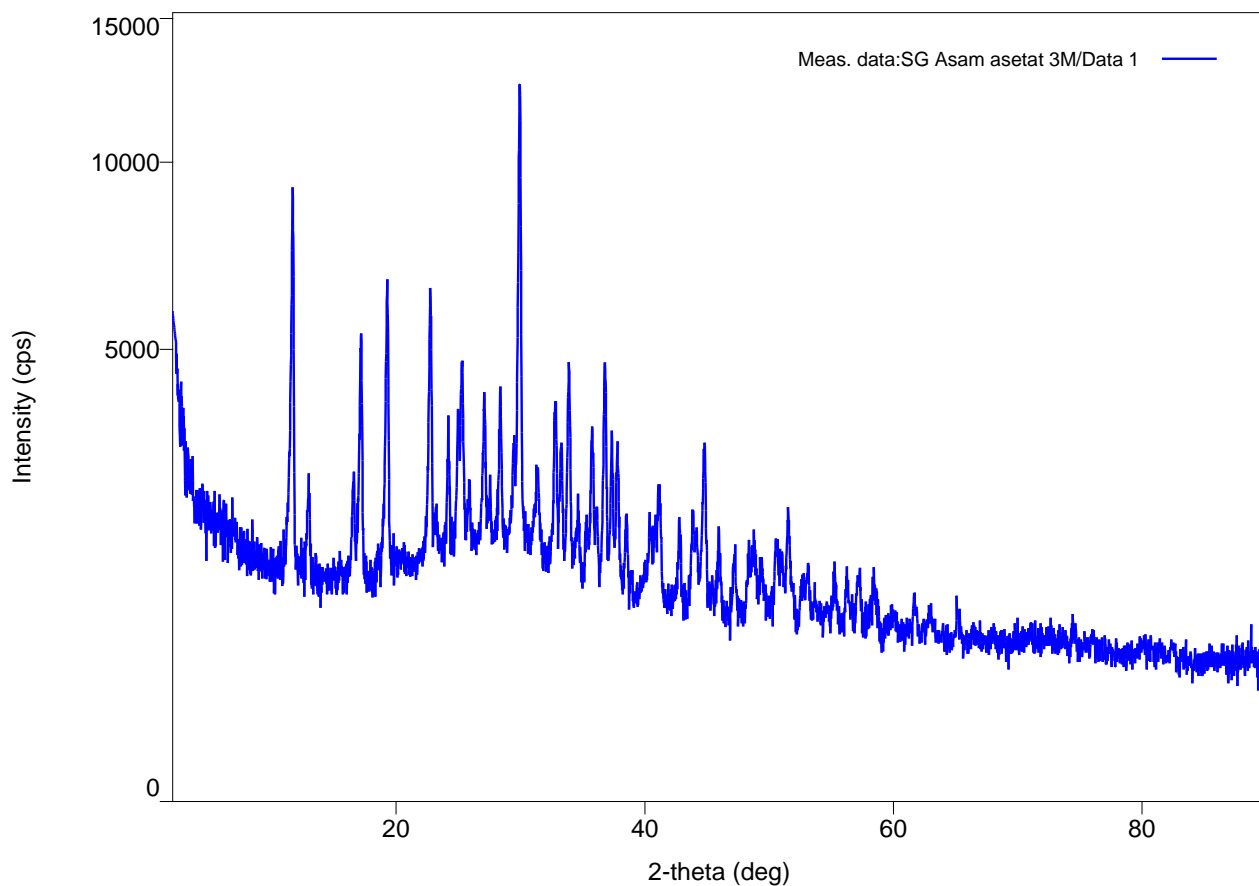
No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	24.56(8)	3.622(12)	182(39)	1.5(4)	518(68)	2.9(10)	5(5)
2	27.788(6)	3.2079(7)	2119(133)	0.36(2)	1113(33)	0.53(5)	0.47(17)
3	29.924(4)	2.9836(4)	1195(100)	0.089(13)	141(10)	0.118(18)	4.8(17)
4	30.335(14)	2.9441(13)	447(61)	0.27(5)	196(17)	0.44(10)	0.6(4)
5	33.13(7)	2.702(5)	270(47)	0.31(5)	90(19)	0.33(13)	0.5(5)
6	35.704(15)	2.5127(10)	1065(94)	0.21(3)	359(15)	0.34(4)	0.6(2)
7	42.37(5)	2.131(2)	392(57)	0.48(7)	265(29)	0.68(17)	2.0(7)

# Peak List

## General information

Analysis date	2015/11/16 10:28:44	Measurement date	2015/11/16 10:09:16
Sample name	SG Asam Asetat 3 M	Operator	administrator
File name	SG Asam asetat 3M.ras		
Comment			

## Measurement profile



## Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	11.693(6)	7.562(4)	5179(208)	0.211(8)	1592(27)	0.307(18)	2.3(3)
2	12.97(3)	6.819(14)	774(80)	0.25(3)	290(21)	0.37(7)	1.8(10)
3	16.548(15)	5.353(5)	819(83)	0.184(17)	194(14)	0.24(4)	1.0(3)
4	17.173(9)	5.159(3)	2747(151)	0.215(9)	785(20)	0.29(2)	1.6(3)
5	19.287(8)	4.598(2)	3504(171)	0.227(7)	1016(23)	0.29(2)	1.8(3)
6	22.769(8)	3.9024(14)	3202(163)	0.230(6)	833(40)	0.26(3)	2.2(3)
7	23.23(4)	3.826(7)	326(52)	0.25(9)	91(30)	0.28(14)	4(4)
8	24.217(16)	3.672(2)	1156(98)	0.17(2)	228(18)	0.20(3)	2.9(13)
9	25.328(7)	3.5136(10)	1708(119)	0.42(2)	827(41)	0.48(6)	4(2)
10	27.11(2)	3.286(3)	1509(112)	0.221(18)	382(28)	0.25(4)	2.6(11)
11	27.546(14)	3.2355(16)	460(62)	0.14(5)	75(16)	0.16(6)	2(3)
12	28.384(15)	3.1418(16)	1553(114)	0.203(11)	349(19)	0.22(3)	2.0(6)
13	29.46(2)	3.029(2)	866(85)	0.21(2)	220(23)	0.25(5)	1.5(6)
14	29.956(5)	2.9805(5)	7714(254)	0.212(4)	1953(39)	0.253(13)	2.7(3)
15	31.36(4)	2.850(3)	613(71)	0.31(3)	203(24)	0.33(8)	1.6(8)
16	32.783(16)	2.7296(13)	1684(118)	0.212(12)	380(17)	0.23(3)	1.1(3)
17	33.28(2)	2.6901(17)	1125(97)	0.211(18)	252(13)	0.22(3)	1.9(8)
18	33.889(13)	2.6430(10)	2201(135)	0.207(10)	486(18)	0.22(2)	1.5(4)
19	34.627(19)	2.5884(14)	340(53)	0.18(6)	65(21)	0.19(9)	2(3)
20	35.75(3)	2.509(2)	1392(108)	0.20(2)	336(35)	0.24(4)	1.2(7)
21	36.10(4)	2.486(3)	609(71)	0.14(5)	104(22)	0.17(6)	1.1(12)
22	36.790(10)	2.4410(7)	2362(140)	0.220(8)	553(15)	0.23(2)	1.6(3)
23	37.347(15)	2.4058(9)	1330(105)	0.193(12)	274(9)	0.21(2)	1.7(5)
24	37.797(17)	2.3783(10)	1212(101)	0.218(13)	282(11)	0.23(3)	1.6(5)
25	38.51(3)	2.3359(18)	614(72)	0.15(3)	96(16)	0.16(4)	1.4(11)
26	40.43(6)	2.229(3)	460(62)	0.40(14)	197(61)	0.43(19)	1.2(13)
27	40.88(3)	2.2058(16)	617(72)	0.21(9)	138(64)	0.22(13)	3(2)
28	41.10(2)	2.1944(13)	1007(92)	0.24(3)	261(25)	0.26(5)	0.6(3)
29	42.782(10)	2.1119(5)	952(89)	0.112(14)	169(11)	0.18(3)	1.8(7)
30	43.83(4)	2.0638(18)	601(71)	0.52(4)	334(27)	0.56(11)	0.40(15)
31	44.820(16)	2.0206(7)	1470(111)	0.263(17)	413(18)	0.28(3)	3.2(10)
32	45.902(11)	1.9754(4)	605(71)	0.13(4)	103(18)	0.17(5)	0.3(4)
33	50.53(4)	1.8046(13)	521(66)	0.27(6)	258(28)	0.49(12)	0.4(3)
34	51.556(6)	1.7713(2)	877(85)	0.16(2)	174(16)	0.20(4)	5(2)
35	53.12(3)	1.7229(9)	187(39)	0.38(9)	75(21)	0.40(19)	3(5)
36	55.26(3)	1.6609(7)	381(56)	0.17(3)	69(12)	0.18(6)	2.5(19)
37	56.20(4)	1.6355(10)	313(51)	0.23(4)	80(10)	0.25(7)	0.5(3)
38	57.16(5)	1.6102(13)	364(55)	0.26(4)	105(11)	0.29(8)	1.1(8)
39	58.39(9)	1.579(2)	224(43)	0.44(7)	106(18)	0.47(17)	1.0(8)
40	61.690(19)	1.5024(4)	359(55)	0.142(18)	60(7)	0.17(5)	1.7(12)



Form-4.13.4.1/Lap. Uji

Nomor : 061/BPIPBPJK/A/II/2016

Number

Halaman : 2 dari 7

Page

### HASIL PENGUJIAN

#### TEST RESULT

Asal Sample : Sampel Adsorben Abu Kelud 2014

Kode Contoh : 061.1 / Air / 2016

No	Parameter	Satuan	Hasil Uji 1	Hasil Uji 2	Metode Uji
1	Tembaga	mg/L	10,9328	10,9316	SNI 06 - 6989.6 - 2004

Keterangan :

Kode Sampel 061.1/Air/2016 = Cu 10 ppm

### HASIL PENGUJIAN

#### TEST RESULT

Asal Sample : Sampel Adsorben Abu Kelud 2014

Kode Contoh : 061.2 / Air / 2016

No	Parameter	Satuan	Hasil Uji 1	Hasil Uji 2	Metode Uji
1	Tembaga	mg/L	0,6876	0,6884	SNI 06 - 6989.6 - 2004

Keterangan :

Kode Sampel 061.2/Air/2016 = A 1 m Cu

Parameter sesuai permintaan.

\* = Parameter Sudah Terakreditasi



Yogyakarta, 29 Februari 2016

Penyelia

Santo, ST

NIP. 19680203 200801 1 006

Catatan : 1. Hasil Pengujian ini hanya berlaku untuk contoh yang diuji

*These test result are only valid for the tested sample*

: 2. Laporan ini tidak boleh diperbanyak/digandakan tanpa seijin dari Manajer Teknik Laboratorium

*The report shall not be reproduced (copied) without the written permission of the Laboratory Technical Manager*





Form-4.13.4.1/Lap. Uji

Nomor : 061/BPIPBJK/A/II/2016

Number

Halaman : 3 dari 7

Page

**HASIL PENGUJIAN**  
**TEST RESULT**

Asal Sample : Sampel Adsorben Abu Kelud 2014

Kode Contoh : 061.3 / Air / 2016

No	Parameter	Satuan	Hasil Uji 1	Hasil Uji 2	Metode Uji
1	Tembaga	mg/L	4,191	4,193	SNI 06 - 6989.6 - 2004

Keterangan :

Kode Sampel 061.3/Air/2016 = A 5 m Cu

**HASIL PENGUJIAN**  
**TEST RESULT**

Asal Sample : Sampel Adsorben Abu Kelud 2014

Kode Contoh : 061.4 / Air / 2016

No	Parameter	Satuan	Hasil Uji 1	Hasil Uji 2	Metode Uji
1	Tembaga	mg/L	0,1564	0,1560	SNI 06 - 6989.6 - 2004

Keterangan :

Kode Sampel 061.4/Air/2016 = A 3 m Cu

Parameter sesuai permintaan.

\* = Parameter Sudah Terakreditasi



Mengetahui

Kepala Balai PIPBPK

Dinas PUP - ESDM DIY

Ir. Bambang Sugiharto, MT

NIP. 19601004 199303 1 001

Yogyakarta, 29 Februari 2016

Penyelia

Santoso, ST

NIP. 19680203 200801 1 006

Catatan : 1. Hasil Pengujian ini hanya berlaku untuk contoh yang diuji

These test result are only valid for the tested sample

2. Laporan ini tidak boleh diperbanyak/digandakan tanpa seijin dari Manajer Teknik Laboratorium

The report shall not be reproduced (copied) without the written permission of the Laboratory Technical Manager



Form-4.13.4.1/Lap. Uji

Nomor : 062/BPIPBPJK/A/II/2016

Number

Halaman : 2 dari 4

Page

### **HASIL PENGUJIAN** **TEST RESULT**

Asal Sample : Sampel Adsorben Abu Kelud 2014

Kode Contoh : 062.1 / Air / 2016

No	Parameter	Satuan	Hasil Uji 1	Hasil Uji 2	Metode Uji
1	Nikel	mg/L	8,635	8,625	SNI 06 - 2520 - 1991

Keterangan :

Kode Sampel 062.1/Air/2016 = Ni 10 ppm

### **HASIL PENGUJIAN** **TEST RESULT**

Asal Sample : Sampel Adsorpsi Silika Gel ( A 1 m Ni )

Kode Contoh : 097.5 / Air / 2016

No	Parameter	Satuan	Hasil Uji 1	Hasil Uji 2	Metode Uji
1	Nikel	mg/L	0,2704	0,2701	SNI 06 - 2520 - 1991

Keterangan :

Parameter sesuai permintaan.

\* = Parameter Sudah Terakreditasi



Mengetahui  
Kepala Balai PIPBPJK  
Dinas PUP - ESDM  
Jr. Bambang Sugiharto, MT  
NIP. 19601004 199303 1 001

Yogyakarta, 11 Maret 2016

Penyelia  
  
Santoso, ST  
NIP. 19680203 200801 1 006

Catatan : 1. Hasil Pengujian ini hanya berlaku untuk contoh yang diuji

These test result are only valid for the tested sample

2. Laporan ini tidak boleh diperbanyak/digandakan tanpa seijin dari Manajer Teknik Laboratorium

The report shall not be reproduced (copied) without the written permission of the Laboratory Technical Manager





Form-4.13.4.1/Lap. Uji

Nomor : 097/BPIPBPJK/A/III/2016

Number

Halaman : 5 dari 5

Page

**HASIL PENGUJIAN**  
**TEST RESULT**

Asal Sample : Sampel Adsorpsi Silika Gel ( A 3 m Ni )

Kode Contoh : 097.6 / Air / 2016

No	Parameter	Satuan	Hasil Uji 1	Hasil Uji 2	Metode Uji
1	Nikel	mg/L	0,1410	0,1408	SNI 06 - 2520 - 1991

**HASIL PENGUJIAN**  
**TEST RESULT**

Asal Sample : Sampel Adsorpsi Silika Gel ( A 5 m Ni )

Kode Contoh : 097.7 / Air / 2016

No	Parameter	Satuan	Hasil Uji 1	Hasil Uji 2	Metode Uji
1	Nikel	mg/L	0,3462	0,3465	SNI 06 - 2520 - 1991

Keterangan :

Parameter sesuai permintaan.

\* = Parameter Sudah Terakreditasi

Mengetahui  
Kepala Balai PIPBPJK  
Dinas PUP dan ASDM DIY  
  
Ir. Bambang Sugiharto, MT  
NIP. 19601004 199303 1 001

Yogyakarta, 11 Maret 2016

Penyelia

Santoso, ST  
NIP. 19680203 200801 1 006

Catatan : 1. Hasil Pengujian ini hanya berlaku untuk contoh yang diuji

*These test result are only valid for the tested sample*

: 2. Laporan ini tidak boleh diperbanyak/digandakan tanpa seijin dari Manajer Teknik Laboratorium

*The report shall not be reproduced (copied) without the written permission of the Laboratory Technical Manager*



Form-4.13.4.1/Lap. Uji

Nomor : 061/BPIPBPJK/A/II/2016

Number

Halaman : 7 dari 7

Page

### HASIL PENGUJIAN TEST RESULT

Asal Sample : Sampel Adsorben Abu Kelud 2014

Kode Contoh : 061.11 / Air / 2016

No	Parameter	Satuan	Hasil Uji 1	Hasil Uji 2	Metode Uji
1	Tembaga	mg/L	0,5424	0,5412	SNI 06 - 6989.6 - 2004

Keterangan :

Kode Sampel 061.11/Air/2016 = SGKG Cu

Parameter sesuai permintaan.

\* = Parameter Sudah Terakreditasi

### HASIL PENGUJIAN TEST RESULT

Asal Sample : Sampel Adsorben Abu Kelud 2014

Kode Contoh : 062.5 / Air / 2016

No	Parameter	Satuan	Hasil Uji 1	Hasil Uji 2	Metode Uji
1	Nikel	mg/L	10,212	10,219	SNI 06 - 2520 - 1991

Keterangan :

Kode Sampel 062.5/Air/2016 = KSKG Ni

Parameter sesuai permintaan.

\* = Parameter Sudah Terakreditasi



Mengetahui

Kepala Balai PIPBPJK  
Dinas PUP - ESDM DIY

*[Signature]*  
Ir. Bambang Sugiharto, MT  
NIP. 19601004 199303 1 001

Yogyakarta, 29 Februari 2016

Penyelia

*[Signature]*  
Santoso, ST

NIP. 19680203 200801 1 006

Catatan : 1. Hasil Pengujian ini hanya berlaku untuk contoh yang diuji

These test result are only valid for the tested sample

2. Laporan ini tidak boleh diperbanyak/digandakan tanpa seijin dari Manajer Teknik Laboratorium

The report shall not be reproduced (copied) without the written permission of the Laboratory Technical Manager